

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE - UNESC
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS - PPGCEM
MESTRADO EM CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ALEXANDRE ZACCARON

**ESTUDO DO PROCESSO DE SECAGEM RÁPIDA EM
ARGILAS UTILIZADAS PARA FABRICAÇÃO DE CERÂMICA
VERMELHA**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais
PPGCEM da Universidade do
Extremo Sul Catarinense UNESC,
como requisito parcial para a
obtenção do título de Mestre em
Ciências e Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Adriano
Michael Bernardin

**CRICIÚMA
2018**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

Z13e Zaccaron, Alexandre.

Estudo do processo de secagem rápida em argilas utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha / Alexandre Zaccaron. - 2018.

201 p. : il. ; 21 cm.

Dissertação (Mestrado) - Universidade do Extremo Sul Catarinense, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma, 2018.

Orientação: Adriano Michael Bernardin.

1. Cerâmica vermelha. 2. Secagem de ciclo rápido. 3. Argila - Comportamento térmico. I. Título.

CDD. 22. ed. 620.14

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101
Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

Alexandre Zaccaron

Estudo do processo de secagem rápida em argilas utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha.

Esta dissertação foi julgada adequada à obtenção do grau de Mestre (a) em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (Área de concentração: Tecnologia de Materiais) da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

Criciúma, SC, 28 de março de 2018.

Banca Examinadora:



Prof. Dr. Michael Peterson

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC



Prof. Dr. Elídio Angioletto

Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC



Prof. Dr. Marcelo Dal Bó

Instituto Federal de Santa Catarina - IFSC

Dedico essa obra a todos aqueles
que de alguma forma estiveram e
estão próximos, fazendo esta
jornada valer cada vez mais a pena.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha família que sempre me incentivou a buscar meus sonhos, a amigos e familiares que se fizeram presentes nos momentos mais difíceis da jornada, não deixando de incentivar na busca do que parecia tão distante.

Estendo o agradecimento a toda diretoria do SINDICER, no qual me permitiram realizar o estudo no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER), ao Fábio Rosso do Laboratório de Materiais Cerâmicos Cocal (LaMaCC) que me auxiliou em alguns dos ensaios, aos profissionais Vitor de Souza Nandi e Paulo Fernandes da NF, que me apoiaram em diversos momentos do estudo e sempre me deram suporte necessário e disponibilizaram alguns equipamentos.

Gostaria de agradecer a Cooperativa de Extração Mineral da Bacia do Rio Urussanga (COOPEMI) pela disponibilidade de algumas matérias-primas e todo suporte dos seus técnicos, também a Cerâmica Felisbino e a Cerâmica Galatto por disponibilizarem algumas das matérias-primas investigadas.

Também agradeço a todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), por todo conhecimento compartilhado durante esses dois anos de jornada, aos colegas de classe, no qual dividimos experiências e aos profissionais do Parque Tecnológico e Científico (i.Parque), alunos e bolsistas dos laboratórios pertencente ao complexo por cada momento vivido, levarei para sempre cada aprendizado.

E por fim, agradeço a CAPES pela oportunidade dada para que eu pudesse realizar essa etapa.

“A persistência é o caminho do
êxito”

Charles Chaplin

RESUMO

Este estudo consistiu na caracterização de argilas usadas para fabricação de cerâmica vermelha na região sul de Santa Catarina, Brasil, para classificá-las como plásticas, arenosas e não-plásticas, com o intuito de utilizá-las em massas processadas por extrusão e assim otimizar o processo de secagem forçada de ciclo rápido. Inicialmente as argilas individuais foram caracterizadas pelos ensaios de determinação de plasticidade (indentação e *Pfefferkorn*), resíduo bruto (em peneiras), distribuição dos tamanhos de partículas (difração a laser), análise química (FRX) e mineralógica (DRX). Amostras extrudadas das argilas foram caracterizadas quanto a sua retração térmica linear de secagem (110 °C) e queima (900 °C) e resistência mecânica à compressão após secagem (110 °C) e queima (900 °C). Com base nos resultados obtidos na etapa de caracterização, a argila plástica AV2, a arenosa AM1 e o material não-plástico TA2 foram selecionados para a segunda etapa em função de suas características de plasticidade (AV2), baixo teor em sílica livre (AM1) e resistência mecânica após a secagem (TA2). Na segunda etapa as três argilas selecionadas foram utilizadas em um planejamento experimental de misturas do tipo simplex centroide, resultando em 10 formulações. As formulações foram processadas por extrusão com umidade ótima de mistura e os corpos-de-prova obtidos foram submetidos a secagem forçada de ciclo rápido por 180 min e secagem lenta a 50 °C por 24 h, com intuito de comparar e avaliar as propriedades das misturas após a secagem, como densidade aparente e relativa, porosidade aparente e resistência mecânica à compressão. Outros resultados como perda de processo, resíduo bruto, perda de umidade e retração de secagem foram avaliados por análise de variância, gráficos de *Pareto* e superfícies de resposta. A densidade aparente, densidade relativa e a porosidade aparente não apresentaram variação ($p < 0,05$), independentemente do método de secagem utilizado. Porém, a resistência mecânica à compressão apresentou grande variação ($p < 0,05$), principalmente nas formulações com adição de argila plástica, sendo que o uso desta matéria-prima ocasiona maior retração e causa a formação trincas e assim perda de qualidade do produto. As formulações com mistura de argila arenosa e material não-plástico apresentaram a maior densidade aparente, menor porosidade e maior resistência mecânica após a secagem, mostrando que para o ciclo proposto, não se deve utilizar argila plástica.

Palavras-chave: Secagem de ciclo rápido. Cerâmica vermelha. Planejamento por misturas.

ABSTRACT

This study dealt with the characterization of clays from the southern region of Santa Catarina, Brazil, used for the manufacturing of extruded clay ceramics in order to optimize the paste formulation for the fast drying process. The samples were classified as plastic, sandy and non-plastic. Initially, each clay was tested for the determination of plasticity (indentation and Pfefferkorn), raw residue (in sieves), particle size distribution (laser diffraction), chemical analysis (XRF) and mineralogical analysis (XRD). Extruded samples of the clays were characterized for their linear thermal shrinkage of drying (110 °C) and firing (900 °C) and mechanical resistance to compression after drying (110 °C) and firing (900 °C). Based on the results obtained in the characterization stage, plastic clay AV2, sandy AM1 and non-plastic material TA2 were selected for the second stage in function of their plasticity (AV2), low free silica (AM1) and mechanical strength after drying (TA2). In the second step the three selected clays were used in a simplex centroid mixture design of experiments, resulting in 10 formulations. The formulations were processed by extrusion with optimum mixing humidity and the specimens obtained were subjected to fast cycle forced drying for 180 min and slow drying at 50 °C for 24 h, in order to compare and evaluate the properties of mixtures after drying, such as apparent and relative density, apparent porosity and mechanical resistance to compression. Other results, as process loss, gross waste, moisture loss and drying shrinkage were analyzed by analysis of variance, Pareto graphs and response surfaces. The apparent density, relative density and apparent porosity did not show variation ($p < 0.05$), regardless of the drying method used. However, the mechanical resistance to compression presented a great variation ($p < 0.05$), mainly in the formulations with addition of plastic clay, and the use of this raw material causes increased shrinkage and causes the formation of cracks and thus loss of product quality. The formulations with a mixture of sandy clay and non-plastic material presented the highest bulk density, lower porosity and higher mechanical strength after drying, showing that for the proposed cycle, plastic clay should not be used.

Keywords: Fast drying. Clay ceramics. Mixtures design.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Triângulo de textura de solo usado pelo USDA.	38
Figura 2 - Textura de argilas e solos.	39
Figura 3 - Diagrama de tamanhos de partículas de <i>Winkler</i>	43
Figura 4 - Estrutura da montmorilonita.	47
Figura 5 - Estrutura da caulinita.	48
Figura 6 - Estrutura da ílita.	50
Figura 7 - Argilas com (A) alto teor de plasticidade e (B) baixo teor de plasticidade.	55
Figura 8 - Representação esquemática dos dois tipos de água a serem removidos durante a secagem: (a) Água livre ou intersticial e (b) Água fixada por forças eletrostáticas à superfície das partículas de argila.	57
Figura 9 - Representação esquemática da forma como a água livre ou intersticial é eliminada pelo ar que circula na peça.	57
Figura 10 - Variação do desempenho de secagem em função do tempo.	58
Figura 11 - Representação esquemática dos mecanismos de secagem da peça cerâmica.	60
Figura 12 - Representação esquemática da secagem do sistema argila+água.	61
Figura 13 - Variação de teor de água livre.	62
Figura 14 - Variação da retração de secagem em função da água de conformação - Curva de <i>Bigot</i>	64
Figura 15 - Fluxograma para processo de cerâmica vermelha.	66
Figura 16 - Etapas de extração mineral em áreas licenciadas pela COOPEMI. (A e B) Escavadeira hidráulica em atividade; (C) Área minerada em morro; (D) Área minerada em várzea.	68
Figura 17 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Pilhas com matérias-primas para o sazonalamento; (B) Pilha e moagem de rocha sedimentar (taguá) em moinho de martelo.	69
Figura 18 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Pilhas de massa padrão preparada; (B) Vista frontal do caixão alimentador; (C) Vista do equipamento desintegrador; (D) Equipamento misturador.	71
Figura 19 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Vista do homogeneizador de massa cerâmica; (B) Vista do laminador.	72
Figura 20 - Etapas de conformação das peças cerâmicas. (A) Vista da extrusora; (B) Vista frontal da extrusora, com a boquilha acoplada; (C) Coluna cerâmica saindo da extrusora, conformada de acordo com a boquilha escolhida; (D) Processo de corte das peças cerâmicas.	73

Figura 21 - Secagem das peças cerâmicas. (A) Secagem por processo natural; (B) Secagem forçada através de secador contínuo.....	74
Figura 22 - Demonstração do ciclo de secagem.....	77
Figura 23 - Fornos: (A e B) Intermitentes; (C e D) Contínuos.	81
Figura 24 - Espaço experimental para processos com três variáveis. ...	83
Figura 25 - (A) Rede simplex {3,2}; (B) Rede simplex {3,2} centroide.	84
Figura 26 - Um projeto aumentado da estrutura do simplex.....	85
Figura 27 - Fluxograma das atividades desenvolvidas na etapa 1.	87
Figura 28 - Fluxograma das atividades desenvolvidas na etapa 2.	88
Figura 29 - Mapa geológico da área de estudo.	91
Figura 30 - Argilas (A) AV1 e (B) AV2.....	92
Figura 31 - Argilas (A) AM1 e (B) AM2.....	93
Figura 32 - Argilitos (A) TA1 e (B) TA2.	95
Figura 33 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-extrusão.....	99
Figura 34 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-secagem a 110 °C.	99
Figura 35 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-queima.	101
Figura 36 - Corpos-de-prova das formulações pós-extrusão.	104
Figura 37 - Gráfico com o ciclo proposto de secagem utilizado neste estudo.	105
Figura 38 - Corpos-de-prova das formulações pós-secagem com ciclo rápido.	106
Figura 39 - Ensaio mineralógico do resíduo bruto.....	112
Figura 40 - Caracterização mineralógica das matérias-primas estudadas.	114
Figura 41 - Distribuições cumulativas de tamanho de partículas das matérias-primas em estudo.....	116
Figura 42 - Distribuição de densidade de tamanho de partículas das matérias-primas em estudo.....	116
Figura 43 - Resistência à deformação das matérias-primas estudadas pela técnica de indentação.	118
Figura 44 - Índice de plasticidade de <i>Pfefferkorn</i>	119
Figura 45 - Retração térmica linear de secagem a 110 °C.....	120
Figura 46 - Resistência mecânica à compressão a seco após secagem em 110 °C.....	122
Figura 47 - Curva de secagem das matérias-primas em estudo.	123
Figura 48 - Curva de <i>Bigot</i> das matérias-primas em estudo.	124
Figura 49 - Gráfico com a retração térmica linear de queima.....	125
Figura 50 - Gráfico com os valores para a absorção de água.....	126
Figura 51 - Resultados de resistência mecânica à compressão.	128

Figura 52 - Diagrama triaxial de misturas apontando as formulações desenvolvidas.	134
Figura 53 - Curvas cumulativas de distribuição de tamanho de partículas para as formulações em estudo.....	136
Figura 54 - Curvas de distribuição de tamanho de partículas para as formulações em estudo.....	137
Figura 55 - Perda de umidade em função do tempo para as formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.	139
Figura 56 - Retração térmica linear de secagem em função do tempo para as formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.	140
Figura 57 - Curva de <i>Bigot</i> das formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.....	140
Figura 58 - Gráfico da densidade aparente das amostras secas com secagem de ciclo rápido e secagem lenta (50 °C).....	144
Figura 59 - Gráfico da densidade relativa das amostras secas com secagem forçada de ciclo rápido e secagem lenta (50 °C).....	145
Figura 60 - Gráfico do percentual de porosidade aparente das amostras secas por secagem lenta (50 °C) e forçada por ciclo rápido.	146
Figura 61 - Gráfico da resistência mecânica à compressão a seco das amostras secas por secagem lenta (50 °C) e forçada de ciclo rápido...	147
Figura 62 - Trincas nos corpos-de-prova após secagem forçada rápida.	150
Figura 63 - Gráfico de <i>Pareto</i> para a perda de processo.	152
Figura 64 - Superfície de resposta para a perda de processo.....	153
Figura 65 - Gráfico de <i>Pareto</i> para a perda de processo.	154
Figura 66 - Superfície de resposta para o resíduo bruto.....	155
Figura 67 - Gráfico da perda de umidade na zona seca.....	156
Figura 68 - Gráfico de <i>Pareto</i> para a perda de umidade na zona seca.	157
Figura 69 - Superfície de resposta para a perda de umidade na zona seca.	158
Figura 70 - Gráfico da retração térmica linear de secagem na zona seca.	159
Figura 71 - Gráfico de <i>Pareto</i> da retração de secagem na zona seca. .	160
Figura 72 - Superfície de resposta para a retração térmica linear de secagem na zona seca.....	161
Figura 73 - Curva de secagem das formulações F2, F3 e F6, por secagem forçada de ciclo rápido.	162

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de tamanhos de partículas dos produtos de cerâmica vermelha.....	43
Tabela 2 - Valores médios dos tamanhos, espessuras e superfícies específicas dos argilominerais.....	51
Tabela 3 - Retração da secagem dependendo do teor de água	63
Tabela 4 – Percentual de umidade <i>in natura</i> das matérias-primas estudadas	109
Tabela 5 – Percentual de resíduo bruto presente das matérias-primas estudadas	110
Tabela 6 – Percentual de resíduo bruto retido por peneiramento para as matérias-primas estudadas.....	111
Tabela 7 - Composição química das argilas, obtidos por Fluorescência de raios X.....	113
Tabela 8 - Distribuição do tamanho, e diâmetro médio de partículas das matérias-primas	117
Tabela 9 - Umidade ideal das matérias-primas estudadas, encontradas pelo método de <i>Pfefferkorn</i> , e a umidade de conformação.	119
Tabela 10 - Teste de Tukey para o ensaio de retração térmica linear de secagem.....	121
Tabela 11 - Teste de Tukey para o ensaio de resistência mecânica à compressão a seco.	122
Tabela 12 - Teste de Tukey para o ensaio de retração térmica linear de queima.....	125
Tabela 13 - Teste de Tukey para o ensaio de absorção de água.....	127
Tabela 14 - Teste de Tukey para o ensaio de resistência mecânica à compressão.....	129
Tabela 15 - Análise conjunta para classificação das matérias-primas.	129
Tabela 16 - Análise conjunta para escolha das matérias-primas	131
Tabela 17 – Composições de cerâmica vermelha utilizando as matérias-primas selecionadas, de acordo com um planejamento de misturas....	133
Tabela 18 - Percentual de resíduo bruto e distribuição de material retido por peneiramento.....	135
Tabela 19 - Distribuição de tamanho e diâmetro médio de partículas das formulações em estudo.....	137
Tabela 20 - Índice de umidade ideal por média ponderada.....	138
Tabela 21 - Perda de umidade ao final de cada uma das zonas de secagem.	141
Tabela 22 - Retração térmica linear de secagem ao final de cada uma das zonas de secagem.	142

Tabela 23 - Densidade real obtida por picnometria de gás hélio	145
Tabela 24 - Percentual de perda, por formação de trincas, durante o processo de secagem com ciclo rápido	149
Tabela 25 - Análise de variância para o percentual de perda de processo	151
Tabela 26 - Análise de variância para o percentual de resíduo bruto..	154
Tabela 27 - Análise de variância para a perda de umidade na zona seca	157
Tabela 28 - Análise de variância para a retração térmica linear de secagem na zona seca	160

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å	Ångström
a.C.	antes de Cristo
ABC	Associação Brasileira de Cerâmica
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ACS	<i>American Ceramic Society</i>
ACV	Avaliação do Ciclo de Vida
AICE	<i>Asociación de Investigacion de las Industrias Cerámicas</i>
AMREC	Associação dos Municípios da Região Carbonífera
AMUREL	Associação dos Municípios da Região de Laguna
ANDIL	<i>Associazione Nazionale degli Industriali dei Laterizi</i>
ANICER	Associação Nacional de Cerâmica Vermelha
APL	Arranjo Produtivo Local
ATD	Análise Térmica Diferencial
BIA	<i>Bricks Industry Association</i>
CECAM	Laboratório de Caracterização de Materiais
CERTEC	Laboratório de Cerâmica Técnica
CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
CIPEA	<i>Comité Internacional pour l'Étude des Argiles</i>
COOPEMI	Cooperativa de Extração Mineral da Bacia do Rio Urussanga
CTCMAT	Centro de Tecnologia em Materiais
DNPM	Departamento Nacional de Produção Mineral
DRX	Difratometria de raios X
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i> (Calorimetria Diferencial de Varredura)
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
EUA	Estados Unidos da América
FATMA	Fundação do Meio Ambiente de Santa Catarina
FRX	Fluorescência de raios X
GMC	Grupo de Materiais Cerâmicos
HISPALYT	<i>Asociación Española de Fabricantes de Ladrillos y Tejas de Arcilla Cocida</i>
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IDT	Instituto de Engenharia e Tecnologia
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial
i.PARQUE	Parque Científico e Tecnológico
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>

ITC	<i>Instituto de Tecnologia Cerâmica</i>
LABCER	Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha
LAMACC	Laboratório de Materiais Cerâmicos Cocal
LDCM	Laboratório de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MCT	Ministério da Ciência e Tecnologia
MME	Ministério de Minas e Energia
MP	Matéria-prima
MPF	Ministério Público Federal
NBR	Norma Brasileira
SC	Santa Catarina
SEBRAE	Serviço de Apoio às Micro e Pequenas Empresas
SECTIME	Secretaria do Estado da Ciência e Tecnologia, das Minas e Energia
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
SINDICER	Sindicato da Indústria de Cerâmica Vermelha de Moro da Fumaça
TAC	Termo de Ajuste de Conduta
TG	Termogravimetria
UNESC	Universidade do Extremo Sul Catarinense
USDA	<i>United States Department of Agriculture</i>
USGS	<i>United States Geological Survey</i>
VBPI	Valor Bruto da Produção Industrial
WB	<i>World Bank</i>

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
2 OBJETIVOS	29
2.1 OBJETIVO GERAL	29
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	29
3 JUSTIFICATIVA.....	31
4 REFERENCIAL TEÓRICO.....	33
4.1 ASPECTOS LEGAIS.....	33
4.2 HISTÓRIA DA CERÂMICA	34
4.2.1 Cerâmica vermelha no Brasil.....	34
4.2.2 Cerâmica vermelha em Santa Catarina	35
4.2.3 Cerâmica vermelha em Morro da Fumaça	36
4.3 MATÉRIA-PRIMA.....	37
4.3.1 Argilominerais	44
4.3.2 Argilas	51
4.3.3 Interação água + argila	53
4.3.3.1 Água intersticial	53
4.3.3.2 Água higroscópica.....	54
4.3.3.3 Água cristalográfica	54
4.3.4 Plasticidade	54
4.3.5 Mecanismos e cinética de secagem.....	56
4.3.6 Retração de secagem	60
4.3.7 Curva de <i>Bigot</i>	63
4.3.8 Reidratação	65
4.4 PROCESSO PRODUTIVO.....	65
4.4.1 Extração da matéria-prima	67
4.4.2 Preparação da matéria-prima	68
4.4.3 Conformação.....	72
4.4.4 Tratamento térmico	73
4.4.4.1 Secagem	74
4.4.4.1.1 <i>Ciclo de secagem</i>	77
4.4.4.2 Queima	79
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	81
5 MATERIAIS E MÉTODOS.....	87
5.1 ETAPA 1.....	89
5.1.1 Matérias-primas	90
5.1.2 Beneficiamento	95
5.1.3 Caracterização das matérias-primas	96
5.1.3.1 Umidade <i>in natura</i>	96
5.1.3.2 Resíduo bruto	96

5.1.3.3 FRX/ DRX	97
5.1.3.4 Distribuição de tamanhos de partículas.....	97
5.1.3.5 Plasticidade	97
5.1.4 Preparação das amostras.....	98
5.1.5 Conformação	98
5.1.6 Secagem.....	99
5.1.6.1 Retração térmica linear de secagem.....	100
5.1.6.2 Resistência mecânica a seco.....	100
5.1.6.3 Curva de <i>Bigot</i>	100
5.1.7 Queima	100
5.1.8 Caracterização pós-queima	101
5.1.8.1 Retração térmica linear de queima.....	101
5.1.8.2 Absorção de Água.....	102
5.1.8.3 Resistência mecânica à compressão.....	102
5.2 ETAPA 2.....	102
5.2.1 Matérias-primas	103
5.2.2 Formulação	103
5.2.3 Caracterização.....	103
5.2.3.1 Resíduo bruto	103
5.2.3.2 Distribuição do tamanho de partículas	103
5.2.3.3 Umidade ideal	103
5.2.4 Preparação das amostras.....	104
5.2.5 Conformação	104
5.2.6 Secagem.....	104
5.2.6.1 Curva de <i>Bigot</i>	106
5.2.6.1.1 <i>Perda de umidade</i>	106
5.2.6.1.2 <i>Retração térmica linear de secagem</i>	107
5.2.6.2 Densidade aparente e relativa.....	107
5.2.6.3 Porosidade aparente	108
5.2.6.4 Resistência mecânica a seco.....	108
5.2.6.5 Análise estatística.....	108
6 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	109
6.1 ETAPA 1.....	109
6.1.1 Análise das matérias-primas	109
6.1.1.1 Umidade <i>in natura</i>	109
6.1.1.2 Resíduo Bruto	110
6.1.1.3 FRX/ DRX	112
6.1.1.4 Distribuição do tamanho de partículas	115
6.1.1.5 Plasticidade	117
6.1.1.6 Retração térmica linear de secagem.....	120
6.1.1.7 Resistência mecânica à compressão a seco	121

6.1.1.8 Curva de <i>Bigot</i>	122
6.1.1.9 Retração térmica linear de queima	124
6.1.1.10 Absorção de água	126
6.1.1.11 Resistência mecânica à compressão	127
6.1.1.12 Interpretação dos resultados	129
6.2 ETAPA 2.....	132
6.2.1 Análise das formulações.....	134
6.2.1.1 Resíduo Bruto.....	134
6.2.1.2 Distribuição do tamanho de partículas	136
6.2.1.3 Plasticidade.....	138
6.2.1.4 Curva de <i>Bigot</i>	138
6.2.1.5 Perda de umidade	141
6.2.1.6 Retração térmica linear de secagem	142
6.2.1.7 Densidade relativa e aparente	143
6.2.1.8 Porosidade aparente.....	146
6.2.1.9 Resistência mecânica à compressão a seco	147
6.2.1.10 Análise Estatística	148
6.2.1.10.1 Perdas de processo.....	148
6.2.1.10.2 Resíduo bruto	154
6.2.1.10.3 Perda de umidade.....	156
6.2.1.10.4 Retração térmica linear de secagem	159
6.2.1.11 Interpretação dos resultados	162
7 CONCLUSÃO	165
REFERÊNCIAS	167
APÊNDICE(S)	189
APÊNDICE A - Principais setores cerâmicos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação.	191
APÊNDICE B - Mapa com a localização de mineração das argilas estudadas.....	193
APÊNDICE C - Curva de secagem das formulações desenvolvidas	195
APÊNDICE D - Análise de variância para os testes realizados. ...	201

1 INTRODUÇÃO

A cerâmica está presente em diferentes civilizações há milhares de anos, sendo um dos primeiros materiais usados pelo homem, seja como artesanato na fabricação de potes e jarros, e posteriormente como componentes na construção. As primeiras unidades de alvenaria foram baseadas em lama seca e usadas pela primeira vez por volta de 8000 a.C. na Mesopotâmia, uma área limitada pelos rios Tigre e Eufrates que se estende do sudeste da Turquia, do norte da Síria e do Iraque atingindo o Golfo Pérsico. O processo de secagem ao sol dos blocos veio posteriormente ser substituído pela sua queima em fornos. Assim, sabe-se que na Mesopotâmia, no vale do rio Indo, utilizaram-se tijolos queimados desde 3500 a.C. (UKWATTA *et al.*, 2015; LIMA, 2012; DEBOUCHA & HASHIM, 2011; PACHECO TORGAL & JALALI, 2011; ALVAREZ, 2007; YASUI, 2005; CAMPBELL & PRYCE, 2003).

Com o passar dos anos, a argila deixou de ser conformada manualmente para produção de artefatos, e passou a ser processada com equipamentos, como prensas para produção de tijolos e telhas, e extrusoras na produção de blocos vazados. O conceito de moldar um produto formando uma coluna sem fim e posteriormente cortando ao comprimento desejado, é de fato muito antigo e conhecido desde pelo menos o início do século XVII (BENDER & BÖGER, 2007).

Trazida pela colonização europeia, a cerâmica estrutural teve início fabril em 1932 na região de Morro da Fumaça como promessa de industrialização deste distrito. Com um número pequeno de olarias, a comercialização era feita com os municípios vizinhos. A facilidade de se obter as matérias-primas era a maior aliada dos pequenos ceramistas, que unida à boa qualidade, se tornou um bom investimento para algumas famílias, que trocaram a agricultura pela cerâmica. A ascensão do setor se deu partir da década de 1970, após a implantação da BR 101 na região sul, onde Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul foram interligados, facilitando a comercialização com os estados vizinhos, acarretando no aumento do número de cerâmicas estruturais em Morro da Fumaça (BORTOLIN, 2015a; MACCARI, 2005; ZANELATTO, 1993).

No Brasil a cerâmica vem evoluindo com o passar dos anos, e se projeta com grande importância na economia do país. O setor, de um modo geral, ainda apresenta uma grande deficiência em dados estatísticos e indicadores de desempenho, ferramentas indispensáveis para acompanhar o seu desenvolvimento e melhorar a competitividade, fato que ocorre devido ao grande número de unidades produtivas com distribuição nos vários estados e excesso de informalidade. Frente a isso,

ainda se encontram muitas divergências com relação aos dados apresentados nas mais diversas fontes. Um estudo mais recente apresentado pelo SEBRAE (2015), mostra que o setor é composto por aproximadamente 9000 pequenas empresas, com uma produção de 1,3 bilhões de telhas/mês e 4 bilhões de blocos/mês, gerando uma estimativa de 2 milhões de empregos, direta e indiretamente; isso representa 4,8 % da indústria da construção civil. A arrecadação da cerâmica vermelha no país chega a R\$ 18 bilhões, representando cerca de 1 % do Valor Bruto da Produção Industrial (VBPI) (SEBRAE, 2015; MACIEL e FREITAS, 2013; MME, 2010).

Além de números importantes na economia, a cerâmica vermelha também se projeta com dados interessantes na área da pesquisa. Atualmente, a incorporação de resíduos na massa argilosa vem sendo assunto de pesquisas no mundo todo, tornando o setor um grande aliado nas questões ambientais, onde, aplicando-os no processo produtivo, tende a se diminuir consideravelmente o consumo de matéria-prima bruta para fabricação de blocos, uma vez que a produção anual mundial de tijolos é atualmente de 1391 bilhões de unidades e a procura deve ser continuamente crescente, aumentando a demanda de material argiloso (DONDI, RAIMONDO e ZANELLI, 2014; ZHANG, 2013). A literatura traz estudos com a incorporação de resíduos de vidro (MORAIS *et al.* 2016; MYMRIN *et al.*, 2015; MALAIŠKIENE, MAČIULAITIS e MIKALAUŠKAITE, 2014; LORYUENYONG *et al.*, 2009), cinza (ÇIÇEK & ÇINÇIN, 2015; ZANIN, KLITZKE e LUZ JR., 2013), areia de fundição (MYMRIN *et al.*, 2016), celulose (CUSIDÓ *et al.*, 2015), lodo de ETE e ETA (SENA DA FONSECA *et al.*, 2014; TEIXEIRA *et al.*, 2011; MONTEIRO *et al.*, 2008), e tantos outros.

Outro fator ambiental de grande relevância está associado à Avaliação do Ciclo de vida (ACV), e o setor de cerâmica vermelha foi o primeiro, em toda a cadeia da construção civil brasileira a realizar essa pesquisa. O estudo foi desenvolvido com base na ferramenta padronizada pela ISO 14040, avaliando a carga ambiental associada ao produto e levando em conta todas as etapas de seu ciclo de vida, desde a extração da matéria-prima e a extensão de sua vida útil, até seu descarte final. O relatório, solicitado pela Associação Nacional de Cerâmica Vermelha (ANICER) aponta que os produtos cerâmicos, telhas e blocos, se destacam em quesitos como: baixo impacto nas mudanças climáticas, causam menor esgotamento de recursos não renováveis, menor consumo de água e menor emissão de CO₂-eq., quando comparados aos concorrentes de concreto. Esses resultados ampliam a importância do setor cerâmico e a necessidade de pesquisas em um raio de abrangência

maior (MAIA DE SOUZA, *et al.*, 2016; SEBRAE, 2015; SOUZA, *et al.*, 2015).

Tendo em vista que a cerâmica para alvenaria vem sendo estudada com foco nas questões ambientais, existe a necessidade de se fazer um paralelo na parte estrutural, com relação à modernização. No Brasil, o segmento de cerâmica vermelha é composto, em grande parte, por empresas familiares, de micro, pequeno e médio porte, com processos produtivos e tecnologia, em muitos casos, defasados e pouco eficientes, com baixo valor agregado e custos energéticos e ambientais elevados (MACIEL e FREITAS, 2013; TAVARES e GRIMME, 2002).

Com relação ao desenvolvimento tecnológico no setor cerâmico, Estados Unidos e Europa passaram por grandes mudanças após a segunda guerra mundial, onde modernos fornos foram instalados, aumentando de forma significativa a produção. No Brasil, a indústria de cerâmica vermelha, em comparação com a da Europa, é muito limitada, tanto em equipamentos, processos ou técnicas, como sua matéria-prima, que na maior parte não passa por uma preparação adequada antes de entrar no processo, fazendo com que a grande maioria das empresas tenha sua competitividade baseada em custos (CABRAL Jr. *et al.*, 2013; LIU, 2012; HEIERLI & MAITHEL, 2008; TAVARES e GRIMME, 2002).

A evolução no processo fabril também está associada a quanto automatismo está presente na produção de artefatos cerâmicos. Os países Europeus e os EUA já contam com modernos equipamentos e linhas repletas de robôs, que diminuem consideravelmente a necessidade de trabalho braçal. Essa é uma realidade que acompanha as grandes cerâmicas europeias e norte americanas há décadas, tornando-se uma realidade apenas agora em algumas indústrias brasileiras para fabricação de cerâmica vermelha (BORTOLIN, 2015b; ANDREANI *et al.*, 2012).

O processo térmico da fabricação de cerâmica vermelha se inicia pela secagem da peça, que pode ser por meios naturais ou mecânicos. O termo “secagem” é utilizado para descrever o processo de remoção higroscópica de um sólido. Muitas vezes, vem a ser uma das operações mais complexas do processo fabril, pois além da perda de umidade, na qual uma série de modificações, principalmente físicas, ocorrem no corpo cerâmico, também ocorrem alterações dimensionais expressivas no produto, mesmo antes da queima. Devido à grande importância desse processo na fabricação de cerâmica, a secagem tem sido uma parte importante de pesquisas desde os anos 1980, concentrando estudos em dois pontos: “teoria de secagem” e “equipamentos de secagem” (YATAGANBABA & KURTBAŞ 2016; MUJUMDAR, 2006, TOEI, 1996).

A secagem natural ainda é muito comum no Brasil, pois micro e pequenas empresas predominam no cenário cerâmico do país, fazendo que não haja pesquisas, aqui, em tecnologias para esse fim (ALMEIDA, 2009; BETINI, 2007).

Do ponto de vista mecânico a secagem do material cerâmico consiste de dois processos distintos: difusão de água líquida em todo o corpo cerâmico e evaporação da superfície. A redução da umidade e a estabilidade do produto dependem da relação entre esses dois mecanismos. No que diz respeito ao primeiro passo de difusão, é necessário um gradiente de umidade dentro da própria peça: a magnitude do gradiente e a permeabilidade determinam a taxa de migração da água, enquanto a espessura (e, portanto, a distância que as moléculas devem percorrer para atingir a superfície) regula o fluxo (ou taxa de produção) de água. A etapa de evaporação é função da temperatura (a pressão de vapor da água), das condições termo higrométricas do ambiente e da maneira como o vapor é removido da superfície (GUALTIERI, *et al.* 2016).

Com relação à questão da queima, no Brasil ainda existem demasiados fornos intermitentes, que são àqueles que necessitam de um período de carga, queima, resfriamento e posteriormente, descarga, o que torna o trabalho manual muito intenso. Na Europa não há registros de fornos que não sejam automatizados e contínuos, atualmente (MASSEI, 2016; TAVARES e GRIMME, 2002).

Apesar de estar muito distante em tecnologia dos países europeus, o Brasil ainda é um grande consumidor de matéria-prima para a fabricação de cerâmica vermelha. Dados do anuário estatístico de produção de não metálicos do MME (Ministério de Minas e Energia) estimam, em 2013, que o Brasil consumiu aproximadamente 141 milhões de toneladas de argila na fabricação de cerâmica vermelha, ficando à frente de Alemanha, com 11,3 milhões de t/ano, Itália, com 5,43 milhões de t/ano e Espanha, com 4,1 milhões de t/ano. Apesar da extensa vantagem, o país conta um vasto território e um número expressivo de empresas. Os países europeus citados possuem extensões de terra muito inferiores ao Brasil, com 100 a 195 empresas cerâmicas aproximadamente (BASTEN, 2016; HISPALYT, 2015; MME, 2015; D'ANNA, 2014).

Assim como o Brasil, outros países emergentes, como Índia e China, encabeçam a lista dos maiores produtores mundiais de cerâmica vermelha no mundo. Com uma produção anual estimada em 800-1000 bilhões de tijolos, a China lidera a produção global, com um alto investimento em tecnologias para desenvolvimento do setor. O avanço da construção civil na Índia registra um crescimento de 9 % ao ano, e a

produção de tijolos chega à marca de 250 bilhões ao ano, sendo a espinha dorsal do setor, com grande contribuição à economia indiana. Porém, o país se assemelha ao Brasil no crescimento tecnológico desse setor, que caminha a passos curtos em desenvolvimento (KAMYOTRA, 2015; KUMBHAR *et al.* 2014; RAJGOR, HAKWANA & PITRODA, 2013; SCHMIDT, 2013).

Apesar de possuir modernos parques fabris, principalmente nos Estados Unidos e Europa, o setor ficou carente de novas tecnologias e no desenvolvimento de novos equipamentos para o processo produtivo. Como visto anteriormente, países emergentes são responsáveis pelo grande avanço do setor atualmente, necessitando da evolução de antigos conhecimentos produtivos e desenvolvimento de novas tecnologias (BIA, 2016).

Desta forma, o presente estudo tem como objetivo caracterizar uma série de matérias-primas da região de Morro da Fumaça, maior polo de cerâmica estrutural de Santa Catarina, Brasil, e a partir dessas, realizar a formulação do produto por planejamento de misturas, com intuito de obter melhores resultados em processo térmico através da avaliação por secagem forçada de ciclo rápido, com o propósito de otimizar o processo fabril e obter melhores resultados e maior homogeneidade na produção final.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar o comportamento térmico de matérias-primas argilosas sob secagem forçada de ciclos rápidos para fabricação de cerâmica vermelha, principalmente blocos de vedação.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Estudar as propriedades tecnológicas de diferentes argilas usadas na fabricação de cerâmica vermelha na região sul e extremo sul catarinense;

Desenvolver formulações com as argilas estudadas por delineamento de misturas, e avaliar o comportamento das mesmas após secagem forçada por ciclo rápido.

3 JUSTIFICATIVA

A cerâmica vermelha é o segmento que produz tijolos furados, tijolos maciços, telhas ou lajes, blocos de vedação e estruturais, telhas, manilhas e pisos rústicos. É uma atividade de base ao possibilitar a construção civil, em geral, desde a mais simples à mais sofisticada. Distribui-se por todo o país, muito pulverizada, em micro e pequenas empresas, quase sempre de organização simples e familiar (BUSTAMANTE & BRESSIANI, 2000).

O termo “olarias” é designado para indicar as empresas que produzem produtos de argila queimada, na sua grande maioria são pequenas empresas arcaicas, com produtividade deficitária, com problemas sociais, econômicos e ambientais. Essas “olarias” se encontram principalmente em países da Ásia e América do Sul, sendo responsáveis por grande carga das emissões de efluentes gasosos na atmosfera, devido à utilização de fornos pouco eficientes em seu processo, e em muitos casos, insumos energéticos oriundos de combustíveis fósseis (WEYANT *et al.*, 2014; RAJARATHNAM *et al.*, 2014; SCHMIDT, 2013; SHAIKH *et al.*, 2012).

O setor, em países europeus e nos Estados Unidos, já atingiu seu ápice tecnológico, podendo ser encontrados grandes parques fabris, modernos e totalmente automatizados, resultando em que a pesquisa para desenvolver novas técnicas para fabricação de cerâmica vermelha permaneça estacionada. Deste modo, a modernização de países em desenvolvimento, como Brasil, Índia e China, torna-se dependente das tecnologias da Europa e EUA.

Um estudo desenvolvido pelo Banco Mundial (WB, 2011) mostra que uma fábrica automatizada, equipada com controles de poluição, pode produzir de 30 a 100 milhões de tijolos por ano nos Estados Unidos, com uma força de trabalho de 20 a 30 pessoas. Um forno artesanal típico em Bangladesh exige uma força de trabalho de 150 pessoas para fazer 4 milhões de tijolos em um ano, e os fornos latino-americanos tendem a ser menos eficientes que os asiáticos.

O processo de secagem é dividido em dois grupos: secagem natural e secagem forçada. O primeiro ainda é muito utilizado nas pequenas olarias, por não necessitar grandes procedimentos tecnológicos, porém, é responsável por alguns inconvenientes, como longo tempo de secagem, excessivo manuseio de peças, ocupação de grandes áreas para exposição das peças e necessidade de condições climáticas favoráveis. Já o processo de secagem forçada pode eliminar todos os inconvenientes anteriores (OLIVEIRA, 2011).

A secagem rápida de materiais cerâmicos para alvenaria, já é uma realidade em alguns países europeus há algumas décadas, e no Brasil vem se tornando uma alternativa tecnológica às empresas que pretendem automatizar processos. Muito embora a ideia de otimizar a secagem é algo atrativo, uma série de cuidados deve ser tomada, pois o processo de retirada de umidade da peça cerâmica é o mais delicado na fabricação de cerâmica vermelha, devido à grande espessura dos objetos moldados e a grande quantidade de água a ser evaporada (EMILLIANI, 1971).

A busca de novas tecnologias para o setor de cerâmica vermelha é de grande importância, uma vez que a produção de elementos cerâmicos, como tijolos, blocos e telhas, terá uma procura ascendente nos próximos anos, principalmente nos países em desenvolvimento (ZHANG, 2013).

4 REFERENCIAL TEÓRICO

4.1 ASPECTOS LEGAIS

A grande maioria dos produtos que compõem a cadeia de materiais comerciáveis é normatizada, sejam produtos do ramo alimentício, moveleiro, calçadista, bem como da construção civil. Os produtos cerâmicos que se enquadram como matéria-prima da construção civil possuem normas para qualidade e padronização dos produtos acabados e para sistema, e também Portaria do INMETRO para fiscalização.

Algumas normas e procedimentos para regulação dos produtos de cerâmica vermelha no Brasil são:

- **Componentes cerâmicos – ABNT NBR 15270:**

A norma 15270 é dividida em 2 partes, e define os termos e fixa os requisitos dimensionais, físicos e mecânicos exigíveis no recebimento de blocos e tijolos cerâmicos, a serem utilizados em obras de alvenaria com ou sem revestimento. A referida norma também estabelece métodos para a execução dos ensaios dos blocos e tijolos cerâmicos (ABNT, 2017a; ABNT, 2017b).

- **Portaria do INMETRO nº 558:**

Além das normas técnicas que regem a qualidade dos produtos cerâmicos, o INMETRO age como órgão fiscalizador através da Portaria nº 558, de 19 de novembro de 2013, que considera importante a implementação da coordenação modular para a promoção da compatibilidade dimensional entre elementos e componentes construtivos fabricados a partir dos diversos materiais de construção (INMETRO, 2013).

- **Norma de desempenho – ABNT NBR 15575:**

Quando é realizada a avaliação técnica de um sistema, deixando-se de analisar unicamente o produto, mas sim o desempenho de uma série de materiais tem-se uma Norma de Desempenho. A norma brasileira é bastante atual e se divide para especificar o sistema construtivo como um todo. Nela estão inseridos os blocos cerâmicos, tanto que uma das partes da norma trata dos sistemas de vedações verticais internas e externas das edificações habitacionais. Além da volumetria e da compartimentação dos espaços da edificação, integram-se de forma muito estreita aos demais

elementos da construção, recebendo influências e influenciando o desempenho da edificação habitacional (ABNT, 2013d).

A norma também trata dos requisitos para os sistemas estruturais aplicáveis a edificações habitacionais com respeito ao desempenho estrutural, analisado do ponto de vista dos estados-limites último e de serviço pelo método semi probabilístico de projeto estrutural (ABNT, 2013b).

Em um contexto geral, a NBR 15575 traz parâmetros para que se analise o produto cerâmico, seja vedação ou estrutural, e até mesmo para coberturas, a fim de se avaliar seu desempenho térmico, mecânico, acústico, lumínico e de segurança ao fogo, que devem ser atendidos individual e isoladamente pela própria natureza conflitante dos critérios de medições (ABNT, 2013a; ABNT, 2013b, ABNT, 2013c, ABNT, 2013d, ABNT, 2013e, ABNT, 2013f).

4.2 HISTÓRIA DA CERÂMICA

A história do tijolo pode ser contada como simultânea à evolução do homem, desde o adobe moldado até a confecção de blocos queimados com boa rigidez, até chegar ao cenário atual de extrema evolução fabril. Os gregos usavam tijolos cozidos sob a influência do Egito e da Mesopotâmia; Roma e Bizâncio herdaram a estética grega, que passou ao Extremo Oriente. A versão islâmica chegou à Península Ibérica depois de cruzar o norte da África. No início do século XIII o tijolo queimado já se encontrava no resto da Europa, e seu uso condicionou amplamente o progresso da construção entre o Renascimento e o século XVII onde, como um material relativamente barato, permeou todas as camadas da sociedade. O século XVIII trouxe técnicas para sua produção em larga escala e expedição por longas distâncias. Os séculos XIX e XX transformaram-no como material padrão para a indústria e o comércio. Posteriormente, a produção de tijolos aumentou gradualmente com a introdução de uma ampla variedade de produtos e técnicas capazes de suportar uso mais inovador (PEREZ-MONSERRAT, *et al.* 2016; KORNMAN, 2007; CAMPBELL & PRYCE, 2003).

4.2.1 Cerâmica vermelha no Brasil

No Brasil, há mais de 2000 anos, antes mesmo da sua “descoberta” pelos portugueses, já existia a atividade de fabricação de cerâmicas, representada por potes, baixelas e outros artefatos. Cerâmicas mais elaboradas foram encontradas na Ilha de Marajó, do tipo marajoara, cuja

origem é da avançada cultura indígena da Ilha, entretanto, estudos arqueológicos indicam que a presença de uma cerâmica mais simples ocorreu na região amazônica, há mais de 5000 anos (SEBRAE, 2008).

A cerâmica de alvenaria foi introduzida no Brasil pelos colonizadores europeus, pois o país era uma colônia de Portugal entre os séculos XVI ao XIX. Em 1808, a corte portuguesa, fugindo da invasão de Portugal por Napoleão numa grande frota escoltada por navios de guerra britânicos, chegou ao Brasil e reforçou o desenvolvimento de sua colônia tropical. Muitos edifícios foram erguidos para servir como casas, palácios, escritórios governamentais, teatros, igrejas, etc., seguindo a tradição europeia que foi mantida no Brasil, mesmo após a sua independência em 1822, usando principalmente tijolos de barro (CORRÊA, 2012).

Segundo a Associação Brasileira de Cerâmica (ABC, 1979), a primeira grande fábrica de produtos cerâmicos do Brasil foi fundada em São Paulo, em 1893, por quatro irmãos franceses, naturais de Marselha, com o nome de “Estabelecimentos Sacoman Frères”, posteriormente alterado para “Cerâmica Sacoman S.A.”, a qual encerrou suas atividades em 1956. O nome das telhas conhecidas por “francesas” ou “marselhesas” é devido à origem destes empresários.

Nos últimos anos do século XIX e início do XX houve um processo de especialização nas empresas cerâmicas, o que gerou uma separação entre olarias (produtoras de tijolos e telhas) e cerâmicas (produtoras de itens mais sofisticados, como manilhas, tubos, azulejos, louças, potes, talhas, etc.) (DE JESUS, 2013; DE SANTIS, 2012; ARAGÃO, 2011; NOCITI, 2011; CHAVES, 2009).

4.2.2 Cerâmica vermelha em Santa Catarina

A cerâmica vermelha foi introduzida no Estado de Santa Catarina pelos imigrantes europeus. Primeiro pelos açorianos, que chegaram à região litorânea e mais tarde pelos alemães e italianos, que levaram esta cultura para outras regiões. A cerâmica vermelha compreende produtos como: tijolos, telhas, pisos, vasos, peças decorativas, entre outros, constituindo um grupo de produtos rústicos sem acabamento. As cerâmicas vêm desempenhando papel importante nos aspectos cultural, social e econômico (MAFRA, 1999).

Santa Catarina é o estado do Brasil com a maior concentração de indústrias per capita, com 29 indústrias para cada 10.000 habitantes. Dentre os setores industriais, o de produtos cerâmicos destaca-se, sendo responsável por 14,7 % da produção nacional. São empregadas quase

15.000 pessoas nesse setor em 714 estabelecimentos em todo o estado. Dessas indústrias, boa parte delas (42,9 %) é de micro ou pequenas empresas (CAMARA, *et al.*, 2015).

No diagnóstico do Setor de Cerâmica Vermelha em Santa Catarina, realizado e publicado pela Secretaria do Estado da Ciência e Tecnologia, das Minas e Energia (SECTEME, 1990), identificaram-se os principais problemas existentes, comuns à maioria das empresas do setor, independente da região do Estado, tais como:

- Falta de planejamento;
- Desperdício de matéria-prima, energia e combustível;
- Desconhecimento de normalização do produto final;
- Inexistência de controle de qualidade;
- Processo tecnológico arcaico.

Apesar de o estudo ser do início dos anos 1990, passaram-se mais de 25 anos, e esses problemas ainda fazem parte da realidade de uma grande parte das empresas.

Santa Catarina apresenta três regiões de destaque na produção de cerâmica vermelha, sendo o principal polo no município de Morro da Fumaça, onde as regiões da AMREC e AMUREL contam com cerca de 270 empresas, que geram sete mil empregos e têm uma produção mensal de 100 milhões de peças, sendo 20 % de telhas e 80 % de tijolos (BORTOLIN, 2015a; ALESC, 2012).

4.2.3 Cerâmica vermelha em Morro da Fumaça

A cerâmica, feita de forma rudimentar, chegou a Morro da Fumaça em 1910, trazida pelos imigrantes italianos que colonizaram as terras e fundaram o distrito, e certamente conheciam as técnicas de produção, uma vez que os países europeus possuíam uma indústria ceramista desenvolvida naquela época. O conhecimento da fabricação de cerâmica utilitária, como telhas e tijolos, aliado à disponibilidade de matéria-prima na região, foram os fatores determinantes para o processo de expansão da produção ceramista em Morro da Fumaça, que se destaca ainda hoje, como um dos principais polos em cerâmica estrutural do estado. As olarias representaram o marco inicial da indústria em Morro da Fumaça, sendo por muitos anos o principal setor da economia que impulsionou o crescimento local (MACCARI, 2005).

Um histórico do setor apresentado pela Revista Nova Cer (2010) aponta que a primeira olaria que se teve notícia era de propriedade do senhor Pedro Gabriel, fundada em 1928 e constituída por um galpão com

fabricação artesanal e com baixa produtividade. Por esse fator, os historiadores sempre iniciam a contagem com a segunda olaria, iniciada quatro anos depois, em 1932, fundada pelo senhor Olívio Cechinel, fabricando diariamente três mil tijolos maciços, com o auxílio de três bois. Maccari (2005) relata que da tração animal ao motor, a indústria de tijolos foi modernizando-se e trocou os bois por um motor alimentado por carvão vegetal, assim, a olaria passou a produzir dez mil tijolos maciços ao dia, que eram queimados em fornos alimentados com a moinha do carvão vegetal.

Com 16.126 habitantes (IBGE, 2010), Morro da Fumaça já sediou mais de 230 cerâmicas vermelhas na década de 1970, e é denominada como capital do tijolo. Atualmente, conta com cinquenta e cinco (55) cerâmicas, em geral constituídas por micro, pequenas e médias empresas (BORTOLIN, 2015a).

4.3 MATÉRIA-PRIMA

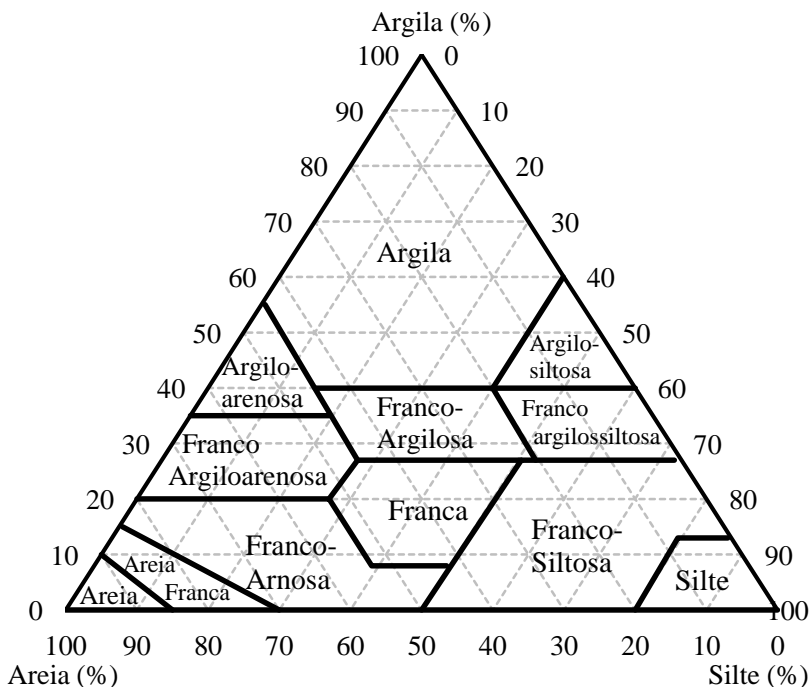
A argila é a mais antiga matéria-prima usada pelo homem, sendo definida como uma terra que forma uma massa pegajosa quando misturada à água. Uma vez molhada essa massa é prontamente moldável, após seca, torna-se dura e quebradiça, retendo sua forma. Além disso, se aquecida, torna-se ainda mais resistente e insuscetível à ação da água. Tal material se presta claramente à confecção de artigos de todas as formas (WORRALL, 1975).

As argilas servem como insumo em uma série de atividades econômicas, iniciando como componentes de solos agrícolas, onde os argilominerais são os principais responsáveis pela fixação reversível no solo+água de fertilizantes NPK e como elemento de sustentação físico-mecânica dos vegetais. As argilas também entram na agropecuária como integrantes de rações alimentares. Porém, é na indústria que a utilização do material argiloso se destaca, entrando em todas as classificações industriais, desde a extrativista, de transformação, que dará insumos para a construção civil e até mesmo serve como matéria-prima para processamento químico. A riqueza mineral aliada a uma grande disponibilidade natural e outras propriedades importantes torna a argila uma matéria-prima de amplas possibilidades de utilização industrial (SANTOS, 1989).

Para compreender a textura das argilas é necessário conhecer toda estrutura dos solos, a qual remete ao arranjo de areia, silte, argila e partículas orgânicas presentes no solo. As partículas tornam-se agregadas devido a diversas forças e em diferentes escalas formando unidades

estruturais distintas chamadas *peds* ou *agregados*. Quando uma massa de solo é escavada e suavemente desmembrada, ela tende a quebrar em *peds* ao longo das linhas naturais de fraqueza. Estas linhas exibem baixa resistência à tração, porque as partículas dentro de um *ped* ou *agregado* são mais fortemente atraídas umas às outras do que por partículas do solo circunvizinho (REINERT & REICHERT, 2006).

Figura 1 - Triângulo de textura de solo usado pelo USDA.

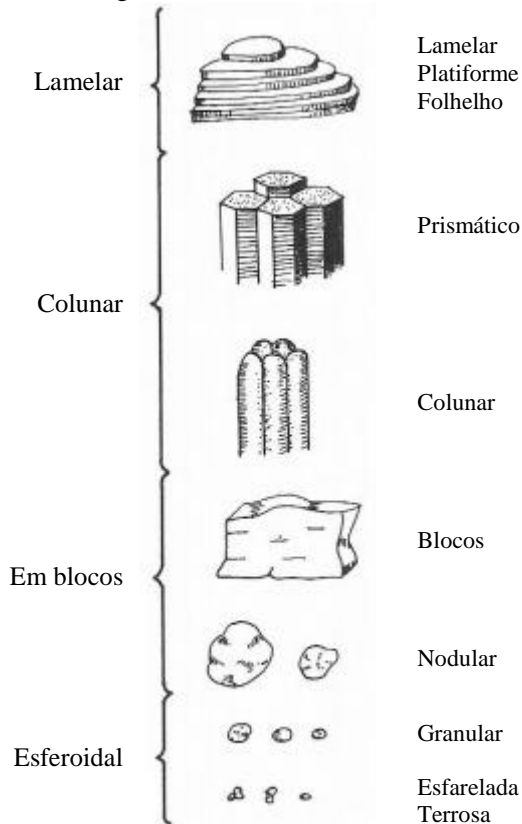


Fonte: Adaptado de Mello *et al.*(2015) e Shirazi & Boersma (1983)

O procedimento para se chegar a um sistema de classificação de textura unificado pode ser resumido fazendo referência à Figura 1, que mostra o triângulo de textura usado pelo USDA (*U.S. Department of Agriculture*). Esta figura contém 12 regiões de classe de textura definidas por polígonos com limites destacados e identificadas por nomes; três coordenadas representando percentagem de argila, silte e areia; uma resolução de trabalho de grade igual a um intervalo de 10 % para todas as coordenadas proporcionando interseções de linhas de coordenadas de 0-100 %. As três linhas de coordenadas são para argila, silte e areia. A

Figura 1 deve ser convertida em um novo diagrama que retém todas essas informações e, além disso, contém informações estatísticas sobre a análise mecânica de amostras de solo.

Figura 2 - Textura de argilas e solos.



Fonte: Lyon, Buckman e Brady (1950 *apud* SANTOS, 1989)

O triângulo de textura fornece uma linguagem natural que pode descrever sucintamente uma grande propriedade física dos solos, tal como: retenção de água, densidade aparente, permeabilidade e porosidade. Essas abordagens geralmente exigem a quantificação por certos parâmetros, como o diâmetro médio do grão, o coeficiente de uniformidade e dimensão fractal (TYLER & WHEATCRAFT, 1992).

Para Santos (1989), a textura é um termo compreensivo macroscópico para a argila “sólida” que é consequente da distribuição de

tamanho de partículas, das formas das partículas constituintes, da orientação das partículas umas em relação às outras e das forças que unem as partículas entre si. A Figura 2 mostra os tipos de textura encontrados.

As definições das texturas são apresentadas na sequência, conforme conceito de Brady e Weil (2010):

- **Esferoidal** - Estrutura granular consistindo de agregados esferoidais que podem ser separados uns dos outros em um arranjo ligeiramente comprimido. Eles normalmente variam de menos de 1 até maiores que 10 milímetros em diâmetro. Em referência a este tipo de estrutura, o termo *agregado* é mais comum do que *ped*. A estrutura granular caracteriza muitas superfícies de solos, particularmente aqueles ricos em matéria orgânica. Consequentemente, este é o principal tipo de estrutura de solo afetado pelo manejo.

- **Blocos** - Agregados em blocos são irregulares e praticamente cúbicos, e variam no intervalo de 5 a 50 mm de comprimento. Os blocos individuais não são moldados individualmente, mas são moldados pelas formas dos blocos adjacentes. Quando as bordas dos blocos são ângulos agudos e as faces distintas retangulares, o subtipo é chamado bloco angular. Quando ocorrem alguns arredondamentos, os agregados são referidos como blocos subangulares.

- **Colunar** - Estruturas colunares e prismáticas são caracterizadas por agregados semelhantes a prismas ou pilares orientados verticalmente que variam em altura entre os diferentes solos e podem ter um diâmetro de 150 mm ou mais. A estrutura colunar, que possui pilares com partes superiores distintas e arredondadas, é encontrada principalmente em subsolos ricos em sódio. Quando as partes superiores dos prismas são relativamente angulares e horizontalmente planas, a estrutura é designada como prismática. Ambas as estruturas são normalmente associadas com tipos de argilas expansivas. A estrutura prismática ocorre comumente em horizontes subsuperficiais de regiões áridas e semiáridas e, quando bem desenvolvidas, fornecem uma característica muito marcante ao perfil. Em regiões úmidas, a estrutura prismática às vezes ocorre em solos mal drenados e em fragipãs. Para Moreal *et al.* (2006), horizontes ou camadas endurecidas e fortemente adensadas são designadas como “pãs” ou “pans”. Enquadram-se, nesta categoria, os fragipãs e duripãs, em que o efeito cimentante de elementos químicos como Si, Al e Fe parece ter papel efetivo na sua gênese.

• **Laminar** - Estrutura laminada, caracterizada por agregados ou placas horizontais relativamente finas, pode ser encontrada tanto nos horizontes superficiais como nos subsuperficiais. Na maioria dos casos, as placas têm se desenvolvido como um resultado dos processos de formação do solo. Entretanto, ao contrário de outros tipos de estrutura, a estrutura laminar também pode ser herdada do material de origem do solo, especialmente aqueles depositados por água ou gelo. Em alguns casos, a compactação em solos argilosos por máquinas pesadas, pode formar a estrutura laminar.

As argilas são os principais componentes da fração mineral dos solos. São adsorventes naturais eficazes devido aos seus pequenos tamanhos de partícula, estruturas lamelares (ao contrário das partículas de areia e de silte) e superfícies carregadas negativamente, o que as torna bons adsorventes de cátions com grandes áreas de superfície reativa para troca de íons ou atração eletrostática. Estes fatores permitem que tenham boa interação com a água e que sejam facilmente moldadas, tornando-as matéria-prima ideal para cerâmica (BRADY & WEIL, 2010; TSAI, LAI & HSIEN, 2003).

Cerâmicas são definidas como compostos sólidos que são formados pela aplicação de calor e, por vezes, calor e pressão. As cerâmicas compreendem pelo menos dois elementos, desde que um deles seja um sólido elementar metálico ou não metálico. Os outros elementos podem ser um metal ou outro sólido elementar não metálico (BARSOUM, 2003).

Os grupos cerâmicos podem ser classificados com base no emprego dos seus produtos, natureza de seus constituintes, textura da massa padrão, além de outras características cerâmicas ou técnico-econômicas (MOTTA, ZANARDO e CABRAL JUNIOR, 2001).

Quanto às aplicações, têm-se as cerâmicas tradicionais, que são bastante comuns na fabricação de insumos para alvenaria, revestimento e de louças sanitárias. As aplicações de cerâmicas avançadas incluem isolamento térmico, refratariedade, materiais ferroelétricos, materiais semicondutores, isoladores em aplicações eletrônicas, dielétricos de micro-ondas, magnéticos e supercondutores, catálise, propriedades anticorrosão, etc. (BARSOUM, 2003).

O Apêndice A traz uma relação dos diversos setores cerâmicos e seus produtos e as respectivas matérias-primas utilizadas, bem como algumas características do processo de fabricação.

Para a utilização das argilas em processos industriais é importante e indispensável uma identificação completa do tipo de argila e de suas propriedades, para estabelecer quais as formulações e condições de

processamento são mais adequadas para se obter produtos com as propriedades finais desejadas. As propriedades do produto final estão estreitamente relacionadas às características iniciais das matérias-primas, como textura, características química, composição mineralógica, plasticidade, dentre outras (MACEDO *et al.*, 2008; MORAIS & SPOSTO, 2006; DUTRA *et al.*, 2006).

A produção de cerâmica vermelha depende muito das características de suas matérias-primas, por isso a extrema importância de realizações dos ensaios experimentais. É sabido que as argilas são compostas de material argiloso e material não-plástico. Esses materiais não-plásticos, representados essencialmente por areias, micas, óxido de ferro e outros, atuam como agentes não-plásticos nas composições, visto que reduzem a plasticidade destas quando misturados com os materiais argilosos. As argilas plásticas apresentam textura muito fina, isto é, tamanhos abaixo de 2 μm , e como consequência, o processo de composição contendo excessivamente este tipo de argila torna-se complicado. Para facilitar o processo de fabricação, são introduzidas outras argilas (denominadas arenosas), que apresentam um maior teor de impurezas misturadas aos argilominerais, reduzindo a plasticidade da massa. Nesse caso, há necessidade de se fazer uma mistura entre argilas, juntamente com os materiais não-plásticos, a fim de se obter uma distribuição de tamanho de partículas adequada ao processamento e às características de qualidade do produto desejado (PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997).

A distribuição de tamanho de partículas é a classificação das partículas de um material sólido por seus determinados tamanhos. Como influencia muitas propriedades dos argilominerais, a sua medida é muito importante para a caracterização de qualquer produto cerâmico (CROZETTA, *et al.*, 2016).

O diagrama de *Winkler* se constitui em uma importante ferramenta para processamento de cerâmica vermelha, pois, de acordo com a textura das argilas, pode-se prever sua recomendação para fabricação de determinados tipos de produtos ou a necessidade de mistura com outras matérias-primas (VIEIRA, MONTEIRO e DUAIBI FH, 2005). Na Tabela 1 são apresentadas as composições de tamanhos de partículas dos produtos de cerâmica vermelha, de acordo com o diagrama de *Winkler* expresso na Figura 3. As partículas de argila são menores que 2 μm , o que as fazem ter uma área superficial específica muito grande, dando-lhes uma enorme capacidade de adsorver água e outras substâncias. Essa grande superfície adsorviva faz com que as partículas de argila formem

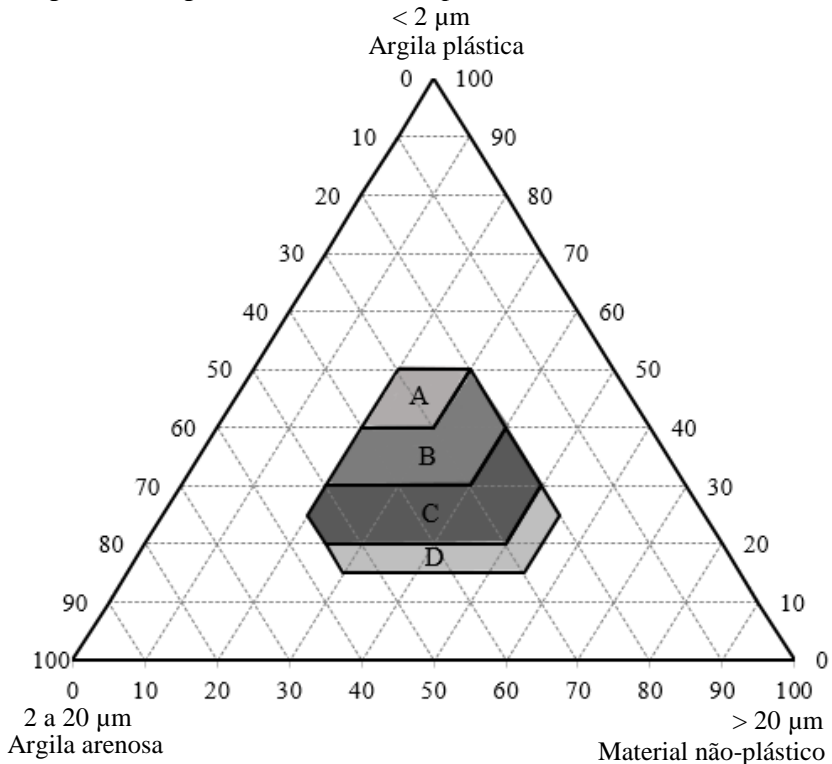
uma massa coesa quando seca, o que possibilita moldá-la quando úmida (BRADY & WEIL, 2010).

Tabela 1 - Composição de tamanhos de partículas dos produtos de cerâmica vermelha

Regiões	Composição de tamanhos de partículas (%)		
	2 μm	2 a 20 μm	20 μm
A. Materiais de qualidade com dificuldade de produção	40 a 50	20 a 40	20 a 30
B. Telhas, capas	30 a 40	20 a 50	20 a 40
C. Tijolos furados	20 a 30	20 a 55	20 a 50
D. Tijolos maciços	15 a 20	20 a 55	25 a 55

Fonte: Pracidelli e Melchiades (1997)

Figura 3 - Diagrama de tamanhos de partículas de *Winkler*.



Quase todos os artigos científicos sobre fabricação de alvenaria estrutural mostram a composição química da argila sendo bastante semelhante entre si. Isso pode ser explicado porque a maioria das matérias-primas para fabricação de tijolos possui argilas com composição semelhante. Portanto, essas argilas apresentam os mesmos componentes principais: sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), óxido de ferro (Fe_2O_3) e óxido de cálcio (CaO) (MUÑOZ *et al.*, 2016).

Sabe-se que a sílica (SiO_2) forma o esqueleto de corpos cerâmicos enquanto a alumina (Al_2O_3) permite melhorar a sua resistência mecânica por sua transformação em mulita durante o processo de sinterização (TAHA *et al.* 2016).

Basicamente, as argilas in natura podem ser correlacionadas por sua coloração. Quando apresentam coloração amarelada, amarela-acinzentada ou cinza são ricas em compostos de ferro e quando apresentam coloração preta possuem alto teor de matéria orgânica, resultando, após sua blendagem uma cor de queima avermelhada. Essa propriedade deve-se ao alto conteúdo de óxido de ferro (Fe_2O_3) total que se apresenta geralmente superior a 4 % (VIEIRA & PINHEIRA, 2011; FACINCANI, 1992).

A importância do óxido cálcio (CaO) está relacionada com a sua capacidade de reduzir a temperatura de sinterização ou aumentar a resistência mecânica na fabricação dos tijolos, contribuindo para minimizar, de forma indireta, os efeitos da expansão por umidade (OLIVEIRA, *et al.*, 2011).

Folhelhos, argilitos, siltitos, ritmitos e outras rochas de natureza pelítica são materiais argilosos tradicionais, plásticos ou arenosos, ou materiais rochosos de interesse cerâmico, extraídos das bacias sedimentares, denominados genericamente de “taguás”. Essas rochas contêm, predominantemente, argilominerais do grupo da ilita, sendo um mineral rico em óxido de potássio (K_2O), que confere baixo ponto de sinterização, característica marcante dessas rochas, que para aplicação no processo cerâmico necessitam de beneficiamento (CABRAL JR., *et al.* 20

4.3.1 Argilominerais

Devido à abundância de oxigênio e silício na natureza, os silicatos são onipresentes: rochas, poeira, argila, lama, montanhas, areia - em suma, a grande maioria da crosta terrestre - são compostos de minerais à base de silicato. Quando se sabe que mesmo cimento, tijolos e concreto

são essencialmente silicatos, pode-se dizer que se vive em um mundo cerâmico (BARSOUM, 2003).

Argilominerais são silicatos de Al, Fe e Mg hidratados, com estruturas cristalinas em camadas (são filossilicatos), constituídos por folhas contínuas de tetraedros SiO_4 , ordenados de forma hexagonal, condensados com folhas octaédricas de hidróxidos de metais tri e divalentes. A maioria dos argilominerais, naturalmente, é constituída essencialmente por partículas (cristais) com algumas dimensões geralmente abaixo de 2 μm . Os argilominerais são muitas vezes chamados “silicatos em camadas” (*layer silicates*) e “filossilicatos”. Alguns argilominerais podem conter uma fração com dimensões na faixa de 1 a 100 nm, sendo nanométricos. Portanto, os termos argila e argilomineral referem-se a materiais encontrados na natureza. Existem cerca de 40 argilominerais; somente poucos são constituintes das argilas industriais e das argilas especiais, devido possuírem algumas propriedades muito peculiares e/ou específicas com maior valor tecnológico. Devido às dimensões micro ou nanométricas, os microcristais da maioria dos argilominerais só podem ser visualizados por microscopia eletrônica de transmissão (MET); alguns podem também ser observados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (COELHO, SANTOS e SANTOS, 2007).

Os argilominerais, assim como os sólidos inorgânicos lamelares, apresentam estrutura formada pela sobreposição organizada de camadas bidimensionais chamadas de lamelas. Entre essas camadas existe um espaço livre denominado de região interlamelar. Esse espaço pode estar vazio, no caso do composto ser formado por lamelas eletricamente neutras ou estar preenchido por íons que mantém a eletroneutralidade do sistema, no caso da lamela apresentar excesso de cargas elétricas. O interesse em compostos com esse tipo de estrutura reside no fato de que a região interlamelar pode ser modificada de modo a abrigar espécies de diferentes naturezas, conferindo novas propriedades ao sistema a partir da interação de natureza elétrica que se estabelece entre as partes (KOMATSU, OTAGURO & RUVOLO FILHO, 2014).

De acordo com Santos (1989), existe uma subdivisão dos argilominerais cristalinos, pelo *Comité International pour l'Étude des Argiles* (CIPEA) em duas classes gerais:

a) Silicatos cristalinos com estrutura em camada ou lamelar: Podem ser divididos nos dois grupos ou famílias: 1) camadas 1:1 ou difórmicos; 2) camadas 2:1 ou trifórmicos. A nomenclatura 1:1 e 2:1 se refere ao número de camadas de tetraedros SiO_2 e de octaedros de hidróxidos,

respectivamente, que entram na constituição da célula unitária da estrutura cristalina do argilomineral.

b) Silicatos cristalinos com estrutura fibrosa: São constituídos por apenas dois argilominerais: sepiolita e paligorsquita (atapulgita).

O maior número de argilominerais possui estrutura lamelar. Santos (1989) aponta que existem subdivisões, que são feitas em função de propriedades estruturais, tais como:

- a) Distância interplanar basal;
- b) Grau de substituição na camada octaédrica da célula unitária;
- c) Possibilidade das camadas basais se expandirem pela introdução de moléculas polares (água, glicerol e etilenoglicol);
- d) Tipo do arranjo ao longo dos eixos cristalográficos, onde dentro dos argilominerais lamelares, apresentam-se os seguintes grupos:

- grupo da caulinita ou de candita;
- grupo da montmorilonita, montmorilonoides ou da esmectita;
- grupo da vermiculita;
- grupo das micas hidratadas ou hidromicas;
- grupo das cloritas;
- grupo dos argilominerais de camadas mistas ou interestratificadas;
- grupo das serpentinas;
- grupo da paligorsquita-sepiolita;
- grupo do talco-pirofilita.

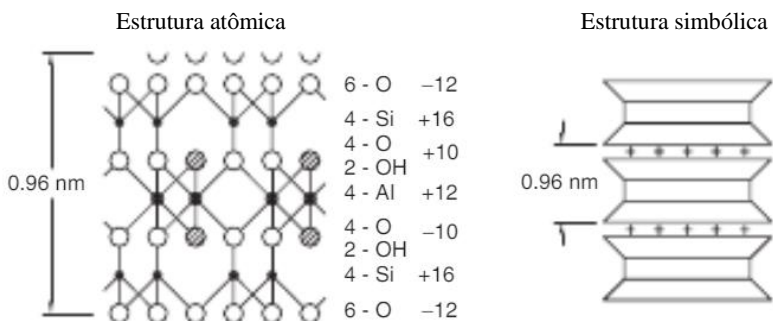
Alguns dos principais argilominerais constituintes na manufatura de cerâmica vermelha são apresentados a seguir:

• **Montmorilonita**

A montmorilonita é o argilomineral mais abundante entre as esmectitas, cuja fórmula química geral é $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$, é hidrofílica e muito ativa eletroquimicamente. Possui partículas de tamanhos que podem variar de 2 μm a 0,1 μm , com tamanho médio de ~0,5 μm e formato de placas ou lâminas. Pertence ao grupo dos filossilicatos 2:1, cujas placas são caracterizadas por estruturas constituídas por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha central octaédrica de alumina, que são unidas entre si por átomos de oxigênio comuns a ambas as folhas (Figura 4). As lamelas da montmorilonita apresentam perfil irregular, são muito finas, têm tendência a se agregarem no processo de secagem e boa capacidade de delaminação quando colocadas em contato com a água. O diâmetro é de aproximadamente 100 nm, onde a espessura pode chegar até 1 nm e as dimensões laterais podem

variar de 30 nm a vários μm , podendo atingir aproximadamente 1000 μm . O empilhamento dessas placas é regido através das forças polares relativamente fracas e força de *Van der Waals*. Entre essas placas existem lacunas denominadas galerias ou camadas intermediárias nas quais residem cátions trocáveis como Na^+ , Ca^{2+} , Li^+ , fixos eletrostaticamente e com a função de compensar cargas negativas geradas por substituições isomórficas que ocorrem no reticulado, como por exemplo, Al^{3+} por Mg^{2+} ou Fe^{2+} , ou Mg^{2+} por Li^+ . Cerca de 80 % dos cátions trocáveis na montmorilonita estão presentes nas galerias e 20 % se encontram nas superfícies laterais (SANTOS *et al*, 2015; PAIVA, MORALES & DÍAZ, 2008).

Figura 4 - Estrutura da montmorilonita.



Fonte: Lancellotta (2008)

Devido à possibilidade de variar a distância basal, seja pela intercalação de moléculas de água, seja pela contração na secagem (com a perda de moléculas de água), a montmorilonita e demais argilominerais do grupo da esmectita são comumente chamados de “argilominerais com plano basal expansível reversivelmente”. Dessa propriedade decorre um grande número de aplicações dos argilominerais do grupo da esmectita, tais como a montmorilonita e a hectorita, em particular para produção de algumas argilas especiais (COELHO, SANTOS e SANTOS, 2007).

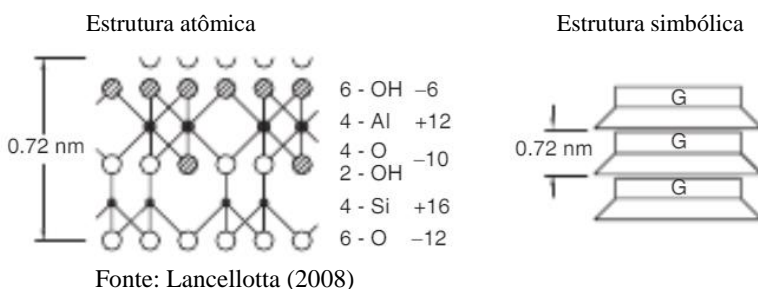
Por possuir altos índices de plasticidade, as argilas montmoriloníticas necessitam de volumes maiores de água para atingir seu teor ideal de trabalho, o que se torna um problema no processo térmico de secagem (MACEDO *et al.*, 2008).

• Caulinita

Caulinita, o argilomineral mais comum, é um 1:1 com estrutura de silicatos composta por camadas alternadas de $[\text{Si}_2\text{O}_5]^{2-}$ e $[\text{Al}_2(\text{OH})_4]^{2+}$. A fórmula teórica da caulinita é $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ (frequentemente expressa como $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (CORREIA *et al.*, 2009).

A estrutura da caulinita é formada através de uma camada do mineral sendo constituída por uma folha octaédrica de alumina e uma folha tetraédrica de sílica que compartilham um plano comum de átomos de oxigênio e as camadas repetidas do mineral são ligadas por hidrogênio (EL-ZAHAR, AWWAD E EL-KATORI, 2014; MIRANDA-TREVINO e COLES, 2003; BEAR, 1965). A Figura 5 ilustra a estrutura da caulinita conforme descrito:

Figura 5 - Estrutura da caulinita.



A fração argila dos sedimentos é essencialmente caulínica, sendo a presença de goethita e hematita limitada pelos baixos teores de ferro. São, portanto, sedimentos mineralogicamente bastante estáveis e resistentes ao intemperismo. Poucos estudos avaliam as características cristalográficas e químicas dos minerais presentes na fração argila destes sedimentos, tais como: cristalinidade, composição química, morfologia e tamanho de partículas, etc. (EMBRAPA, 1978; MATTOS, 1979; MELO *et. al.*, 2002).

A formação geológica da caulinita foi causada pela alteração de rochas de sílica aluminosa, principalmente feldspato: os agentes desintegrantes foram emanções gasosas da crosta terrestre (EMILIANI, 1971).

Ao contrário das argilas montmoriloníticas, a caulinita possui baixo índice de plasticidade (MACEDO *et al.*, 2008).

- **Ilita**

A ilita faz parte do grupo das micas hidratadas, cujo modelo estrutural compreende duas folhas tetraédricas de sílica que encaixam uma folha octaédrica em relação à qual o íon coordenado pode ser Al^{+3} , Fe^{+3} , Fe^{+2} ou Mg^{+2} . Na folha tetraédrica $\frac{1}{4}$ do Si^{+4} é substituído pelo Al^{+3} . Encontram-se íons K^{+} ou Na^{+} entre as folhas tetraédricas de camadas adjacentes que contrariam o desequilíbrio de cargas elétricas resultante das substituições isomórficas referidas e que asseguram a ligação eletrostática entre camadas estruturais adjacentes. A estrutura da ilita assemelha-se à do polítipo 1Md da muscovita, porém, a mica (muscovita) muito fina, existente em certos solos, pode apresentar-se como polítipo 2M. Os minerais do grupo da ilita são frequentes nas argilas. Suas estruturas assemelham-se às das micas microscópicas das quais derivam, em regra, por divisão física e alteração química. A respectiva morfologia ao microscópico eletrônico evidencia lamelas de formas alongadas e bordas geralmente irregulares com diâmetros que normalmente se situam entre 0,1-2 μm . O espaçamento entre camadas estruturais consecutivas é de 10 Å e as camadas estão ligadas umas às outras, em regra, por íons K^{+} . A fórmula química da ilita difere da mica por apresentar menor teor de potássio e maior concentração de água. A composição química da unidade estrutural pode ter a seguinte expressão: $\text{K}_x(\text{Al}, \text{Mg})_4(\text{Si}, \text{Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, com $x < 1$ (FABRIS, 2006).

A presença de ilita em argilas utilizadas para a produção de cerâmicas estruturais pode ter um efeito profundo na temperatura de queima necessária e nas propriedades (por exemplo: cor) do produto final. Por aquecimento, a ilita é gradualmente desidroxilada sem colapso da estrutura a temperaturas que variam em função do tamanho das partículas, da duração do aquecimento e da pressão da água, mas situam-se habitualmente entre 400 e 550 °C. Novas fases como espinélio e coríndon podem formar-se primeiramente acima de 900 °C, e estas fases podem reagir acima de 1050 °C formando vidro e mulita (MURRAD e WAGNER, 1996).

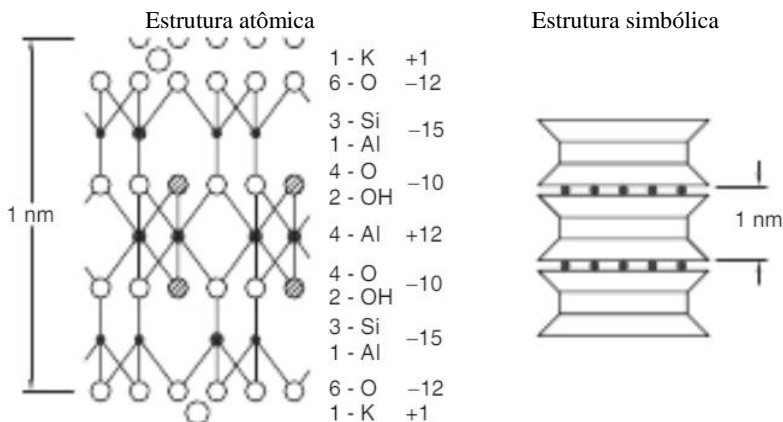
De acordo com Santos (1989), a ilita, sendo de ocorrência frequente em sedimentos, principalmente folhelhos argilosos (*shales*), ou taguás, não deve ser confundida com mica detrital transportada nem com mica muscovita finamente dividida ou sericita, de ocorrência comum em rochas metamórficas (tipo “filito cerâmico”).

A ilita, cuja estrutura é apresentada na Figura 6, é outro exemplo de mineral de argila 2:1, semelhante à montmorilonita, mas neste caso as camadas são fortemente ligadas por um átomo de potássio, que enche o

orifício hexagonal na folha tetraédrica, e os cristais têm uma espessura de cerca de 10 a 30 nm (LANCELLOTTA, 2008; TUREKIAN, 1976).

De acordo com o índice de plasticidade, argilas ílíticas estão em uma base intermediária, sendo menos plásticas que as montmorilonitas e mais plástica que as caulinitas (MACEDO *et al.*, 2008).

Figura 6 - Estrutura da ilita.





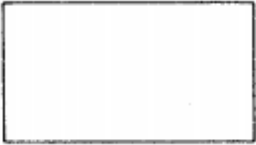
Fonte: Lancellotta (2008)

Os tamanhos relativos dos argilominerais mais comuns na cerâmica vermelha e suas superfícies específicas estão mostrados na Tabela 2.

A caulinita, o maior argilomineral, tem uma espessura ou borda dimensional de cerca de 1 μm , enquanto a montmorilonita, o menor argilomineral, tem uma espessura de apenas alguns nanômetros. Uma vez que os cristais têm aproximadamente o mesmo "diâmetro" médio, pelo menos dentro de uma ordem de grandeza, não é surpreendente que as superfícies específicas sejam tão diferentes. É claro que existem variações bastante grandes nos tamanhos dos cristais dependendo da intempérie e outros fatores, mas os valores dados são valores médios. Como a atividade da superfície está relacionada ao tamanho de partícula, pode-se ver por que a montmorilonita, por exemplo, é mais "ativa" do que a caulinita. Da mesma forma, a atividade superficial de um grão de areia ou silte é praticamente zero (HOLTZ & KOVACS, 1981).

Esse espaçamento terá uma ligação com o a interação do argilomineral com a água (ARAB, ARAÚJO E PERON, 2015).

Tabela 2 - Valores médios dos tamanhos, espessuras e superfícies específicas dos argilominerais

Vista lateral	Espessura típica (nm)	Diâmetro típico (nm)	Superfície específica (km ² /kg)
 Montmorilonita	3	100-1000	0,8
 Illita	30	10 000	0,08
 Caulinita	50-2000	300-4000	0,015

Fonte: Yong & Warkentin (1975 *apud*. HOLTZ & KOVACS, 1981)

4.3.2 Argilas

Em 1939, a Comissão de Geologia da *American Ceramic Society* (ACS, 1939) publicou um relatório contendo nomenclatura das mais variadas tipologias de argilas encontradas. Na sequência é apresentado o vocabulário inglês-português dos nomes de argilas mais comuns na fabricação de cerâmica vermelha, empregados pela Comissão de Pesquisas Geológicas da *American Ceramic Society*, seguido do referido significado conforme Santos (1989):

- **Clay (Argila):** um agregado de aspecto terroso, natural, em que predominam silicatos hidratados de alumínio. É usualmente plástico após ser suficientemente pulverizado e umedecido, rígido após a secagem e adquirindo dureza após queima em temperatura elevada adequada.
- **Adobe (Adobe ou adobo):** termo usado para designar argilas adaptadas à manufatura de tijolo cru seco ao sol. Construções feitas com esse tipo de tijolo dá-se o nome de construções de adobe.
- **Brick Clay (Argila para tijolos):** qualquer argila adequada para a manufatura de tijolos de alvenaria (cerâmica vermelha ou estrutural). As argilas brasileiras para fabricação de tijolos têm baixa temperatura de vitrificação, porém contêm quantidades apreciáveis de óxido e hidróxidos de ferro e potássio que agem como fundentes, enquanto

argilas norte-americanas e europeias, usadas para a mesma finalidade, contém calcário.

- ***Alluvial Clay* (argila aluvial):** argila que foi depositada pela água sobre a terra, usualmente em associação com rios ou correntes.
- ***Alluvium* (aluvião):** termo vago, aplicado a depósitos de areia, de argila ou de cascalho, depositados pela água sobre a terra ou solo.
- ***Colluvial Clay* (argila coluvial ou de coluvião):** uma argila transportada por lavagem em um declive e depositada na base ou próxima a encosta de morros.
- ***Flood-plain Clay* (argila de planície de inundação ou de várzea):** qualquer argila que recobre uma planície de inundação ou enchente de um rio, isto é, da parte do vale de um rio que se cobre de água durante suas inundações.
- ***Shale* (folhelho argiloso: argilito):** uma argila consolidada ou endurecida, tendo usualmente uma estrutura laminada. Todas as gradações podem ser encontradas entre o folhelho argiloso e uma argila plástica. Os termos “*shale clay*” e “*clay shale*” são algumas vezes usados para designar um material intermediário entre o *shale* e *clay*. Alguns dos “taguás” brasileiros são *shales*. Na geologia esse termo tem um significado especial, podendo ser siltico ou argiloso, mas deve apresentar fissibilidade (exfoliação fácil, paralela à superfície de estratificação).
- ***Siliceous Clay* (Argila silicosa):** uma argila contendo quantidades apreciáveis de sílica livre em partículas que podem ou não ser visíveis a olho nu. Quando as partículas de sílica estão presentes em grandes quantidades, o termo “arenosa” é, muitas vezes usado.
- ***Surface Clay* (argila superficial):** um termo vago, aplicado a qualquer argila (geralmente de baixa qualidade) que ocorre na ou próximo à superfície do solo.
- ***Terrace Clay* (Argila de terraço):** qualquer argila, usualmente impura, que fica sob um terraço topográfico, que ocorre nas vertentes de vales, bacias ou baixadas de outros tipos.
- ***Till* (Til, tilito):** depósitos glaciais de caráter não-estratificado, consistindo de uma mistura heterogênea de argila, areia, cascalho e seixos. Contêm, frequentemente, seixos estriados. O til consolidado chama-se tilito. Este ocorre em vários períodos geológicos, até no Pré-Cambriano. Frequentemente encontrados nas camadas permocarboníferas do sul do Brasil, e são usados em cerâmica vermelha ou estrutural.

- ***Underclay* (argila que se encontra sob lençóis de carvão):** uma argila que ocorre sob lençol de carvão ou no mesmo horizonte que um lençol de carvão. Os depósitos são muitas vezes caracterizados por limites pouco precisos com o carvão, superfícies irregulares e pela presença de material carbonoso.

Além do glossário apresentado anteriormente (no qual citou-se apenas as argilas para fins de cerâmica vermelha), que é o fundamental segundo a literatura (SOUZA SANTOS, 1959), existem outros que são de caráter complementar, especialmente para sintonia de argilas e argilominerais.

A partir de 1983, a *Bureau of Mines*, aperfeiçoou a classificação das argilas para fins estatísticos, cuja nomenclatura se restringe a: caulim (*kaolin*), argila plástica para cerâmica branca (*ball clay*), argila refratária (*fire clay*), bentonita (*bentonite*), terra fuller (*fuller's earth*) e argila comum (*common clay*) (SANTOS, 1989). Nessa classificação, segundo a tabela apresentada no Apêndice A as argilas *common clay*, são destinadas à fabricação de cerâmica vermelha (MOTTA, ZANARDO & CABRAL JUNIOR, 2001).

4.3.3 Interação água + argila

Como observado anteriormente, a argila é um material composto por argilominerais e sedimentos, que com a adição de uma determinada quantidade de umidade lhe confere a possibilidade de moldagem. A água encontrada nos corpos cerâmicos crus recém submetidos à extrusão pode ser ligada às partículas minerais de maneiras diferentes, com uma energia de ligação diferente e, conseqüentemente, diferentes graus de dificuldade para ser removida dos corpos cerâmicos (ALVAREZ, 2013). Pode-se considerar que a água bruta do corpo cerâmico encontra-se nas seguintes formas possíveis:

4.3.3.1 Água intersticial

A água que se encontra entre partículas minerais nos capilares e que pode se mover livremente entre eles é a água de conformação. Esta água pode ocupar um espaço importante entre as partículas do corpo argiloso e sua eliminação pode gerar uma perda de volume significativo do mesmo (ALVAREZ, 2013).

A água de conformação pode ser dividida em dois tipos: o primeiro é denominado de água intersticial. O segundo é denominado de água livre

ou água de plasticidade. A água intersticial está relacionada com a água necessária para preencher os poros das partículas. Já a água de plasticidade localiza-se entre as partículas argilosas, separando-as e facilitando a trabalhabilidade no processo de conformação. É este último tipo de água que é responsável pela retração das peças (VIEIRA, SOUZA & MONTEIRO, 2004; BELTRAN *et al.* 1995).

4.3.3.2 Água higroscópica

É a água que se encontra ligada às partículas minerais por forças elétricas, próprias do dipolo da água, assim como das cargas naturais dos cristais que formam as argilas (ALVAREZ, 2013).

Devido sua grande área de superfície, os argilominerais são altamente reativos, carregados de cargas iônicas, onde a base para a sua capacidade de troca iônica com a água faz com que as partículas de argila expandam. As várias camadas de partículas de argila têm uma deficiência de cargas iônicas intercalares. A capacidade de troca iônica das argilas é a propriedade pela qual os minerais de argila atraem íons disponíveis em seu entorno e os retêm em um estado de troca. Estes íons podem ser trocados com outros cátions e ânions durante o tratamento de íons numa solução aquosa. Estas relações de troca de íons em geral não afetam a estrutura do mineral de argila (MEIRA, 2001; ESLINGER, 1988).

4.3.3.3 Água cristalográfica

É a água que se encontra ligada quimicamente aos cristais dos minerais de argila, formando o corpo. A quantidade de água cristalográfica contida no corpo de argila depende da natureza química e mineralógica das matérias-primas. Esta água é removida durante a primeira fase de queima e os efeitos produzidos pela eliminação devem ser considerados em certas argilas (ALVAREZ, 2013).

4.3.4 Plasticidade

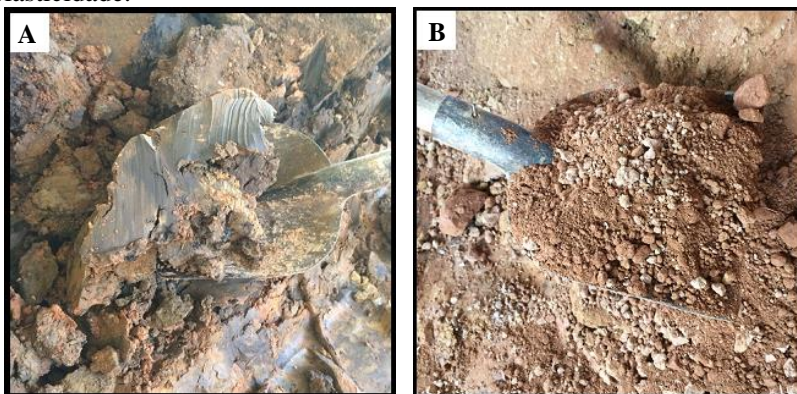
Plasticidade é a propriedade que um sistema possui de se deformar pela aplicação de uma força e de manter essa deformação quando a força aplicada é retirada. Se o sistema argila+água não fosse plástico, não seria possível fazer tijolos por extrusão (RAWET e SANTOS, 1980).

A plasticidade em argilas é essencialmente resultante das forças de atração entre partículas de argilominerais e da ação lubrificante da água entre as partículas anisométricas lamelares. Pode-se admitir que a

plasticidade se desenvolva quando a argila tem água suficiente para cobrir toda a superfície acessível dos argilominerais, com uma película de “água rígida” (não-líquida, mas com um pouco de água “líquida”), isto é, não orientada, que age como meio lubrificante facilitando o deslizamento das placas umas sobre as outras quando uma tensão tangencial é aplicada (SANTOS, 1989).

A Figura 7 ilustra as argilas com alto teor de plasticidade e as argilas com baixo teor de plasticidade, cuja denominação são argilas arenosas.

Figura 7 - Argilas com (A) alto teor de plasticidade e (B) baixo teor de plasticidade.



Fonte: Autor (2016)

Comparando plasticidade com diâmetro de grãos, segundo Diagrama de *Winkler* (Figura 3), as argilas de granulometria muito fina apresentam boa plasticidade, mas precisam de uma considerável quantidade de água para desenvolver completamente essa plasticidade. Possuem alta resistência mecânica a seco e pós-queima, em razão do seu alto grau de compactação, e devido a isso, os canais internos existentes entre partículas são reduzidos, dificultando a eliminação de água durante o processo de secagem (PRACIDELLI & MELCHIADES, 1997).

De acordo com os mesmos autores, a adição de argilas arenosas, reduz a interação com água da massa, causando pontos de descontinuidade nas forças de coesão entre as partículas, tanto no sentido horizontal, como no vertical. Esses pontos de descontinuidade produzem poros, que permitem a passagem da água do interior até a superfície da peça.

Ainda segundo Pracidelli & Melchiades (1997), a utilização de materiais não-plásticos para fabricação de cerâmica vermelha auxilia na redução do grau de compactação da massa, ocorrendo a diminuição da plasticidade, reduzindo as contrações sofridas pela massa, tanto no processo de secagem quanto de queima.

A blenda de argilas com diferentes propriedades plásticas auxilia na redução do ciclo de secagem devido à facilidade de saída da água, com menores gradientes de umidade.

4.3.5 Mecanismos e cinética de secagem

Muito embora necessitem de água para serem moldadas, após sua conformação, as peças cerâmicas devem ser secas para retirada quase que completa da umidade para serem introduzidas nos fornos, sendo necessários cuidados para realização desse processo (EMILIANI, 1971).

A secagem é considerada uma das etapas mais delicadas do processo de fabricação da cerâmica vermelha. Compreendê-la ajuda a evitar os defeitos resultantes do processo fabril de secagem (CROZETTA *et al.* 2016).

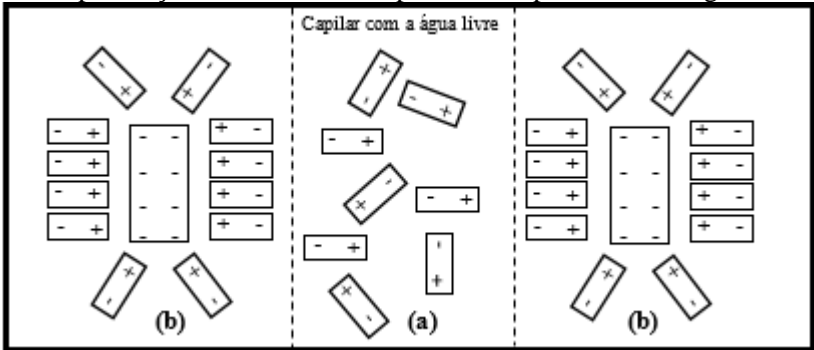
Existem na indústria, em geral, vários métodos de secagem baseados em princípios muito diferentes. Assim, um produto pode ser seco por um ou mais dos seguintes métodos: Absorção, adsorção, filtração, centrifugação, evaporação, vaporização, condensação e liofilização. Na indústria cerâmica, o método que é usado quase que exclusivamente é o da evaporação (ESTRADA & ESPINOSA DE LOS MONTEIROS, 1982).

O produto cerâmico a ser seco geralmente consiste em uma mistura de materiais inorgânicos com um teor de água de até 35 % disperso em toda a sua massa. Portanto, as partículas minerais de uma massa cerâmica são imersas em uma rede líquida constituída por canais capilares de água. Durante a secagem, a água deve ser trazida do interior da peça, através dos referidos capilares, para a superfície, onde pode evaporar-se livremente, e os dois fatores a serem levados em consideração são: a velocidade de difusão e a taxa de evaporação (ESTRADA & ESPINOSA DE LOS MONTEIROS, 1982).

De acordo com Alvarez (2013), a perda de água é dividida em duas fases, onde durante a primeira fase de secagem, o ar arrasta as moléculas de água livres localizadas na superfície da peça. Essa transferência dá origem a um movimento ascendente ou fluxo de água livre para a superfície para preencher o espaço vazio deixado pelas moléculas de água que passaram para a atmosfera. A primeira umidade que a argila perde é

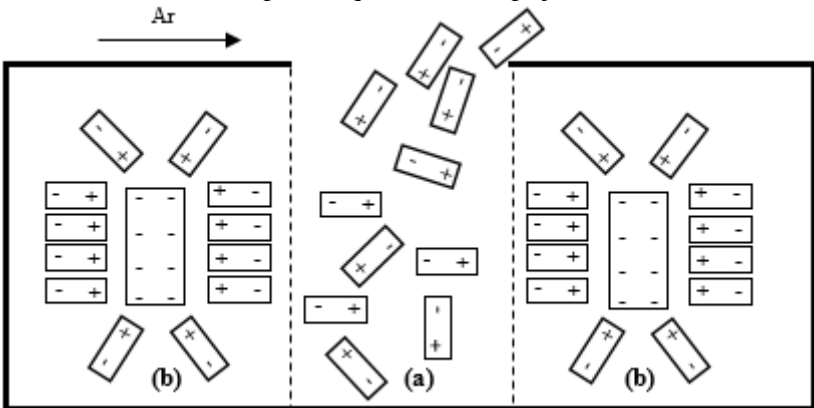
a última adicionada, isto é, a água livre que ocupa os capilares, como mostrado nas Figuras 8 e 9.

Figura 8 - Representação esquemática dos dois tipos de água a serem removidos durante a secagem: (a) Água livre ou intersticial e (b) Água fixada por forças eletrostáticas à superfície das partículas de argila.



Fonte: Alvarez (2013)

Figura 9 - Representação esquemática da forma como a água livre ou intersticial é eliminada pelo ar que circula na peça.



Fonte: Alvarez (2013)

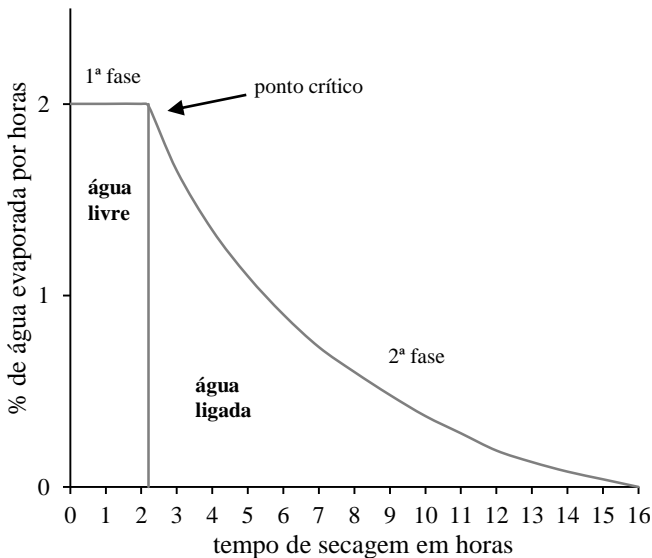
Conforme o estudo de Estrada & Espinosa de los Monteiros (1982), o delicado problema da secagem na cerâmica é amplamente resolvido quando a taxa de evaporação não excede a velocidade de difusão da água do interior para a superfície da massa, e assim a água pode difundir e evaporar a uma taxa que não danifica o material que está

secando. A água irá passar pelas lacunas deixadas pelas partículas laminares, isto é, nos canais capilares formados por elas, com uma velocidade de difusão que depende:

- da temperatura da peça,
- da natureza mineralógica do material,
- da magnitude e forma das partículas e, portanto, dos capilares,
- da porcentagem de água na massa,
- da dinâmica e importância da contração da massa,
- da relação entre a tensão de vapor do líquido na peça e a pressão de vapor do ar, isto é, do seu estado higrométrico e da sua umidade relativa.

A quantidade de água evaporada por unidade de tempo é constante nesta primeira fase e pode ser vista na Figura 10. O desempenho da evaporação permanecerá constante, desde que a água flua para a superfície com a mesma velocidade com que ela evapora, o que só acontecerá enquanto houver água livre dentro dos capilares. A taxa de evaporação da água na superfície da argila é muito menor do que na superfície livre da água, pois existe uma atração entre partículas de água e argila que reduzem significativamente a taxa de evaporação.

Figura 10 - Variação do desempenho de secagem em função do tempo.



Fonte: Alvarez (2013)

Portanto, Alvarez (2013) explica que no momento em que a água livre (intersticial) é eliminada, considera-se que a contração da peça terminou (nesse ponto, ou antes) e esse ponto é chamado de "ponto crítico", na umidade residual da argila. A partir deste ponto, o desempenho de secagem diminui (a quantidade de água evaporada por unidade de tempo) e a segunda fase de secagem inicia, sendo diferente da etapa anterior.

Ainda conforme o autor, a partir do ponto crítico, a água para de fluir para a superfície (porque não há água livre na peça). Começa a evaporação da água ligada por forças eletrostáticas à superfície das partículas de argila, sendo a evaporação muito mais difícil quanto mais próximas as moléculas de água estão em relação à superfície do cristal de argila. À medida que a secagem progride, o desempenho diminui cada vez mais rapidamente.

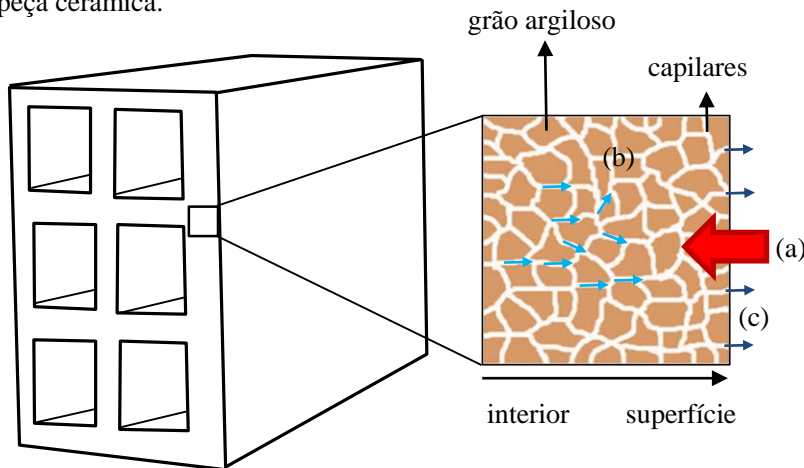
Durante esta segunda fase de secagem, a água não evapora na superfície da peça, mas dentro dos capilares, no mesmo ponto em que está ligada à partícula de argila. Portanto, o arraste e deposição de sais solúveis que geram eflorescência de dentro da peça para a superfície não ocorre nesta fase e sim na primeira, em que a água circula em estado líquido dentro dos capilares e que transportam os sais solúveis para a superfície da peça. Com relação à solubilidade dos sais, Alvarez (2013) comenta que a solubilidade geralmente aumenta com a temperatura, sendo aconselhável manter a temperatura do secador mais baixa durante a primeira fase de secagem, para minimizar a quantidade de sais dissolvidos na água, e que seriam depositados na superfície da peça. Em secadores rápidos onde a secagem começa imediatamente, a peça é introduzida no secador com ar quente, sendo muito mais difícil evitar a eflorescência por efeito dos sais solúveis.

De acordo com Brosnan e Robinson (2003), alguns problemas podem aparecer na peça cerâmica devido a vários fatores, podendo ser rachaduras devidas à gradiente de retração, não homogeneidade na estrutura, umidade não-uniforme e gradiente de espessura. Os mais comuns são os problemas relacionados à retração superficial, sem a retirada da maior parte da umidade do interior da peça.

A secagem é um processo que envolve fenômenos de transferência de calor e massa entre o corpo e o ar de secagem. Portanto, avaliando a Figura 11 (que ilustra como ocorre a dispersão da umidade na peça cerâmica), tem-se a transferência de calor (a), que atua sobre as moléculas de água do interior da peça, e que por meio de difusão (b) migram para a superfície da peça, evaporando (c).

Como já explanado anteriormente, a velocidade da difusão deve ser similar à de evaporação, para que não ocorram problemas na secagem. Se houver uma evaporação mais acelerada que a difusão, a superfície tende a retrair, e ter uma acomodação das partículas, obstruindo os canais de difusão, impossibilitando que a água interna chegue à superfície e evapore. Esse bloqueio dos capilares, força a água contra a parede superficial, abrindo as trincas de secagem.

Figura 11 - Representação esquemática dos mecanismos de secagem da peça cerâmica.



Fonte: Autor (2017)

Segundo Emiliani (1971), o volume de vazios é quase proporcional à quantidade de água evaporada, que se transformarão em poros e a diminuição do volume é correspondente à quantidade de água evaporada.

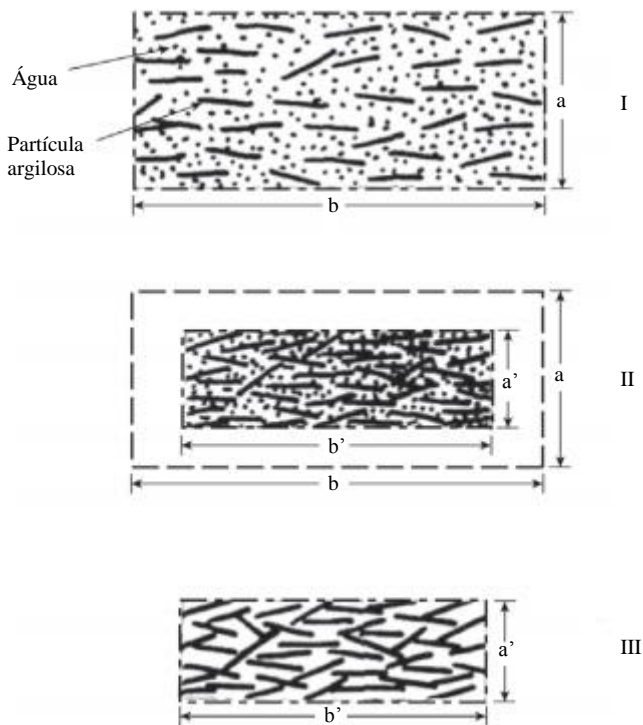
4.3.6 Retração de secagem

Além do transporte de calor e massa, pode-se citar outro fenômeno que ocorre durante o processo de secagem, trata-se da variação da dimensão do sólido (ALMEIDA, 2009). É imprescindível que os produtos cerâmicos atendam as normas técnicas, incluindo o controle dimensional. Deste modo, essa variação ocasionada pela secagem deve ser bem avaliada, para que não ocorram problemas com os produtos acabados.

A Figura 12 descreve esquematicamente a evolução da eliminação de água de conformação e retração de secagem de uma massa cerâmica plástica.

- I. está representado o sistema argila + água no início da etapa de secagem.
- II. após certo período de tempo, já não há mais a água de plasticidade que separa as partículas. Por outro lado, ainda há água nos capilares, denominada de água intersticial. Observa-se também que houve retração em relação ao estágio inicial.
- III. toda a água intersticial foi eliminada e a peça não apresenta retração em relação ao estágio II.

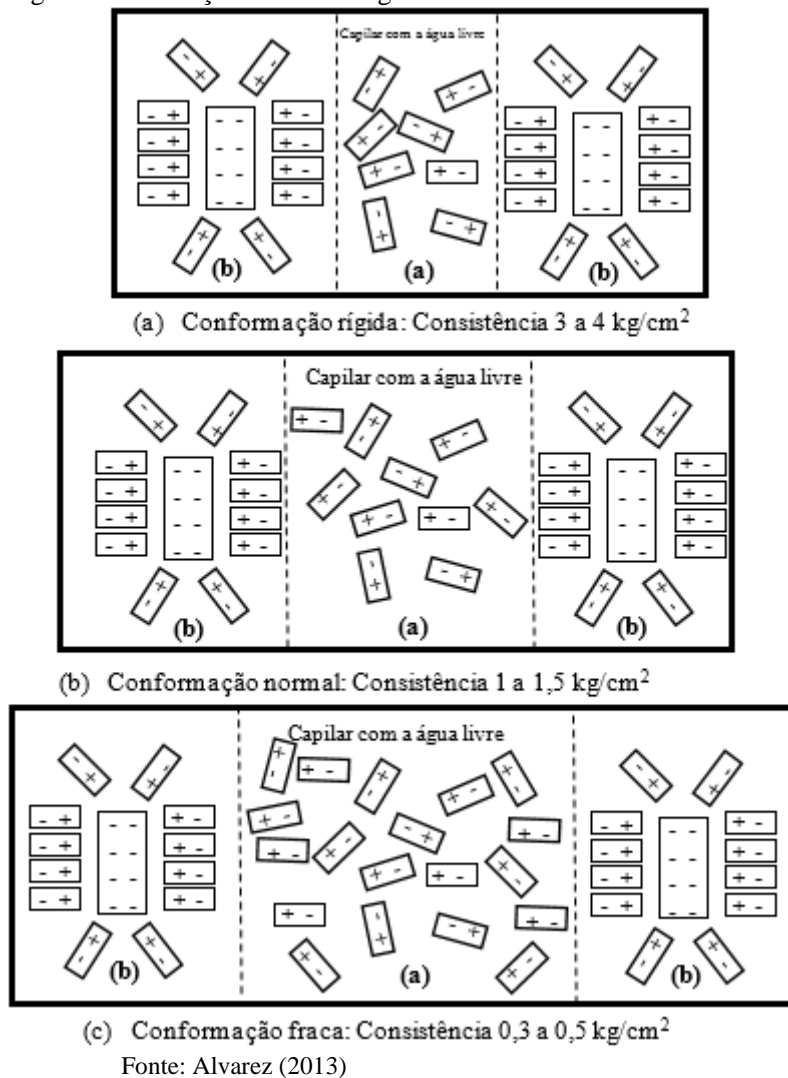
Figura 12 - Representação esquemática da secagem do sistema argila+água.



Fonte: Abajo (2000 *apud*. VIEIRA, FEITOSA & MONTEIRO, 2003)

A Figura 13 representa esquematicamente o que acontece quando uma mesma argila é conformada com diferentes percentuais de umidade.

Figura 13 - Variação de teor de água livre.



À medida que aumenta o percentual de água livre, reduz a consistência da massa cerâmica, promovendo a separação entre

partículas, ocasionando uma maior retração de secagem. Como já visto, maiores gradientes de retração aumentam o perigo de rupturas no secador, prolongando o processo de secagem e se tornando mais problemática, de modo que sob as mesmas condições, um produto com menor umidade tende a retrair menos, diminuindo então a probabilidade de trincas. As melhores condições de secagem são obtidas ao se conformar o material com porcentagens de umidade abaixo do ponto crítico. A quantidade de água ligada à superfície das partículas argilosas tem menor influência sobre a rapidez com que se efetua a secagem (ALVAREZ, 2013).

A tabela 3 mostra a relação entre o percentual de umidade de conformação e a pressão de extrusão e de retração de uma argila usada na fabricação de tijolos.

Tabela 3 - Retração da secagem dependendo do teor de água

Pressão de extrusão (kgf/cm ²)	Umidade de conformação (%)	Retração de secagem (%)
7	21,66	8,22
12	18,13	5,74
17	15,75	4,74
22	14,91	3,91

Fonte: Alvarez (2013)

4.3.7 Curva de *Bigot*

Em 1921, *Bigot* ampliou seus estudos sobre massas argilosas, relacionando a quantidade de água perdida com a diminuição do volume (contração). Estabeleceu-se que a perda de massa (em pesagens sucessivas) é diretamente proporcional à contração (medida da maior dimensão). De acordo com Oliveira (2011), as modificações verificadas na massa argilosa, durante a secagem, são tais que o ciclo completo de secagem é diferenciado em três fases:

1ª fase: diminuição do volume proporcional à água eliminada;

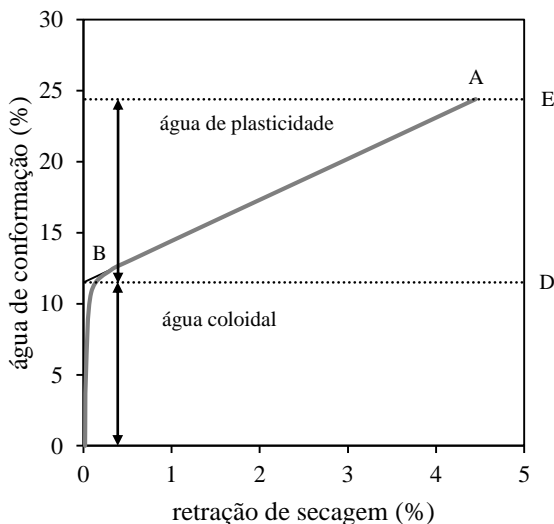
2ª fase: formação de vazios (poros) enquanto que a massa continua a contrair-se ligeiramente;

3ª fase: término da diminuição de volume, e os poros manifestados são proporcionais a água eliminada.

A variação das dimensões do corpo cerâmico de acordo com o teor médio de água, aplicada no gráfico é chamada curva de *Bigot*. Estas curvas expressaram a relação entre a evaporação (perda de massa) e o encolhimento, sendo o encolhimento devido à evaporação da umidade (ATCHOLI *et al.*, 2008).

A Figura 14 mostra uma típica curva de *Bigot*, que descreve a evolução da retração de secagem em função da perda de água de conformação. De acordo com Vieira, Feitosa e Monteiro (2003), o ponto (A) representa, na ordenada (ponto E), a quantidade de água de umidade que as peças apresentam no início da etapa de secagem. Na abscissa, pode-se obter a retração total de secagem que irá ocorrer. A linha (A-B) representa a primeira fase de secagem com eliminação de água de plasticidade, localizada entre as partículas. Esta é a fase mais problemática na etapa de secagem já que a eliminação de água entre partículas é acompanhada de retração. Conforme já mencionado anteriormente, com a retração de secagem aumenta-se o risco de aparecimento de defeitos.

Figura 14 - Variação da retração de secagem em função da água de conformação - Curva de *Bigot*



Fonte: Vieira, Feitosa e Monteiro (2003)

A linha (B-C) representa a segunda fase de secagem caracterizada pela eliminação de água intersticial. Teoricamente, o ponto (B) deveria

situar-se no eixo da abscissa, indicando ausência de retração de secagem quando se iniciar a eliminação de água intersticial. Entretanto, na prática, nem todas as partículas entram em contato ao mesmo tempo, já que a superfície seca com mais rapidez que o interior da peça. Com isso, parte da água evaporada ainda se origina da interposição entre partículas. Por outro lado, à medida que evapora esta água de plasticidade a água intersticial proveniente dos capilares e que não produz retração, vai tornando-se predominante. O ponto (D) separa os dois tipos de água de umidade. A água de plasticidade corresponde ao valor (D-E), enquanto que a água intersticial é representada pelo segmento (D-C).

A curva de *Bigot*, ou curva de secagem, aponta dados importantes das argilas. Um deles se encontra ao fim da água de plasticidade, em consequência, final da retração de secagem, onde Facincani (1992) denomina de “ponto crítico”. Conhecendo o “ponto crítico” da argila, sabe-se o momento exato em que se extingue a probabilidade de chances de se obter trincas de secagem, uma vez que os problemas oriundos desse processo encontram-se durante a perda de umidade, e principalmente, contração.

4.3.8 Reidratação

Um fenômeno muito importante que está intimamente relacionado com a umidade de equilíbrio é a reidratação do material seco. Isso costuma ocorrer quando o material é exposto a condições ambientais após a secagem. À medida que a temperatura cai, a energia da ligação argila-água aumenta e assim a umidade de equilíbrio se move em direção a valores mais elevados, iniciando um processo de reabsorção de água do meio ambiente (ALVAREZ, 2013).

A reabsorção da umidade pós-secagem pode trazer alguns inconvenientes ao produto, como redução da resistência mecânica a seco, e a necessidade de um processo de pré-aquecimento, para remoção da umidade antes da peça cerâmica ingressar no forno, para não haver problemas no processo de queima (FACINCANI, 1992).

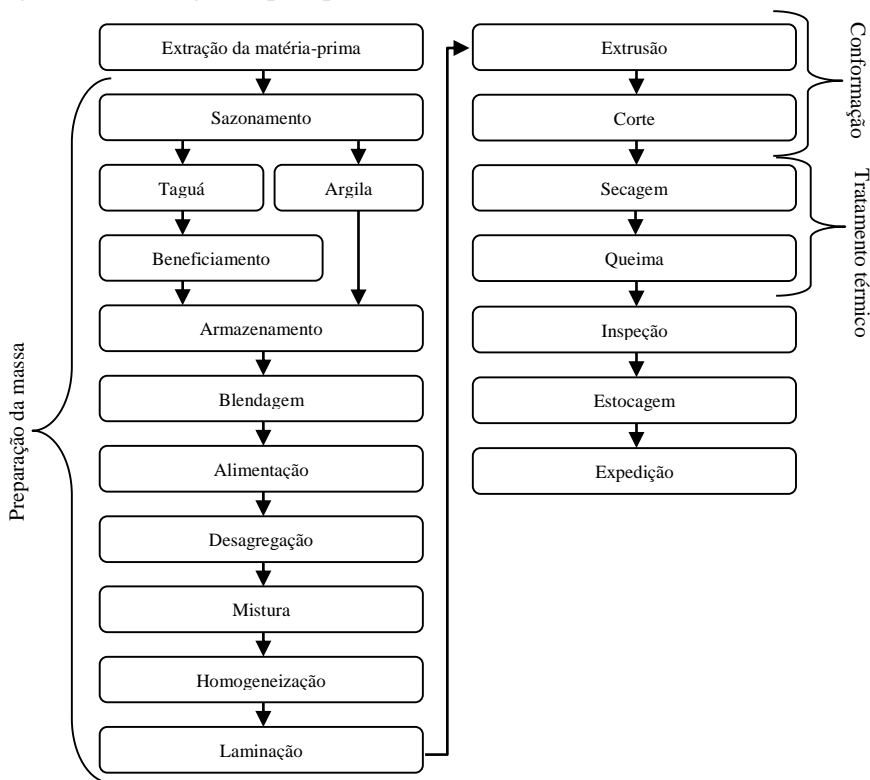
4.4 PROCESSO PRODUTIVO

Os tijolos feitos de argila e posteriormente queimados são um dos materiais de alvenaria mais antigos utilizados na construção civil, e ainda são o produto mais usado e mais importante na cadeia construtiva, devido à fácil disponibilidade de recursos geológicos, durabilidade, boas propriedades mecânicas, físicas, térmicas e acústicas, resistência a

intempéries, questões culturais, entre outros (MUÑOZ *et al.*, 2016; VIANI *et al.*, 2016; KAZMI *et al.*, 2016; COLETTI *et al.*, 2016; UKWATTA *et al.*, 2015; SHAKIR e MOHAMMED, 2013; DEBOUCHA & HASHIM, 2011).

O processo produtivo de peças cerâmicas é bastante conhecido e comum no mundo todo, tendo apenas pequenas variações de processo, que são particulares de cada empresa, ou de determinadas regiões e países, ou dependendo do produto que será produzido. O conceito para fabricação de blocos vazados é apresentado no fluxograma da Figura 15, baseado em uma série de fontes bibliográficas, e em geral consiste na extração e preparação da matéria-prima, conformação da peça cerâmica, tratamento térmico e comercialização.

Figura 15 - Fluxograma para processo de cerâmica vermelha.



Fonte: Quijano *et al.* (2014); Trabacchin (2012); Motta, Zanardo e Cabral Junior (2001)

4.4.1 Extração da matéria-prima

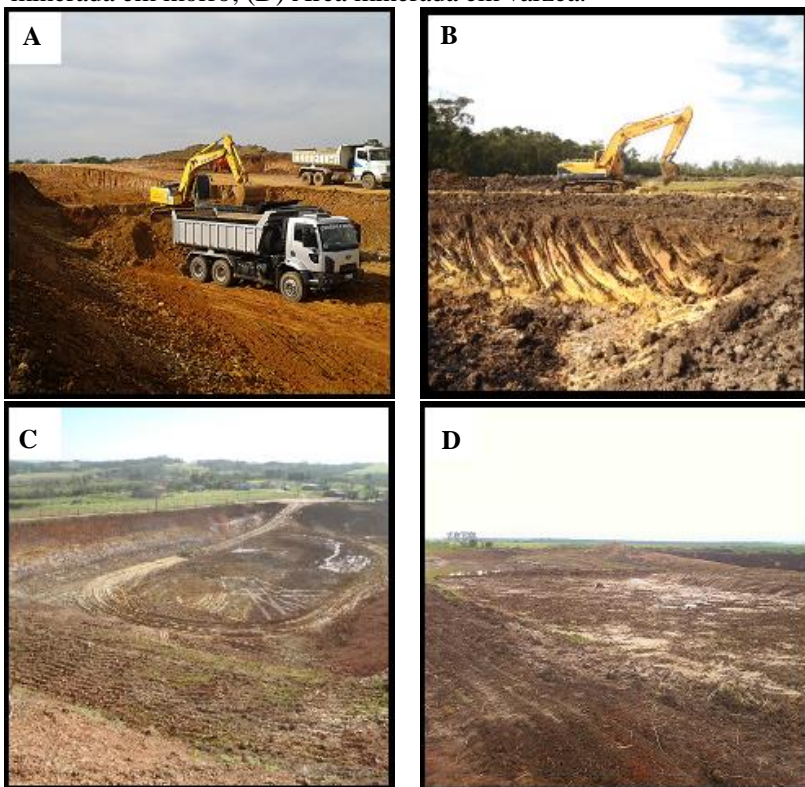
A primeira etapa do processo produtivo de cerâmica vermelha consiste na extração do material argiloso, que ainda possui muitas deficiências. Na região de Morro da Fumaça, por exemplo, até o final da primeira década dos anos 2000, o processo de mineração continuava sendo feito pelo próprio ceramista de modo individualizado. Em sua maior parte desrespeitando procedimentos típicos de uma mineração sustentável (áreas não licenciadas, escavações predatórias, baixo nível de aproveitamento das áreas, falta de sinalização, desrespeito às normas de segurança e falta de recuperação ambiental). Esta situação estava colocando em risco toda a cadeia produtiva, pois o fornecimento de argila estava sujeito a ser totalmente descontinuado (PAGNAN *et al.* 2011).

Era um modelo de extração da década de 1970, resultando numa série de passivos ambientais, o que fez o Ministério Público Federal (MPF), com apoio do Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) e da Fundação do Meio Ambiente de Santa Catarina (FATMA), propor à Cooperativa de Exploração Mineral da Bacia do Rio Urussanga (COOPEMI) e a algumas indústrias de cerâmica vermelha da região da AMREC e AMUREL, a assinarem um Termo de Ajuste de Condutas (TAC), obrigando os ceramistas a obterem licenças ambientais para exercer a atividade de mineração nas jazidas de empréstimo. Essa ação tem reduzido o número de áreas irregulares conhecidas como “áreas de extração clandestina” (BORTOLIN, 2015c; ZACCARON, 2013).

As indústrias de cerâmica vermelha do país tendem a se agrupar em polos produtivos, ao redor das áreas com maior incidência de matéria-prima, onde sua aquisição ainda é um problema para o micro e pequeno empresário, devido aos métodos burocráticos e caros para obtenção de licenciamento para mineração. Esse fator fortalece os Arranjos Produtivos Locais (APL) e Cooperativas que realizam todos os aspectos legais para mineração de argila, contornando os problemas encontrados pelas pequenas cerâmicas e fortalecendo conceitos como centrais de massas, que visam realizar toda a preparação de matéria-prima ofertada às empresas (CABRAL Jr, *et al.*, 2012; CABRAL Jr., CRUZ e TANNO, 2009). Ideias como essa tendem a minimizar os impactos associados à extração irregular ou clandestina, consumo total das argilas (sem desperdícios) e possibilidade de incorporação à massa de resíduos industriais, com intuito de valorização de resíduos.

A Figura 16 ilustra o procedimento de extração de material argiloso em áreas licenciadas pela COOPEMI, bem como procedimentos de recuperação ambiental de tais áreas.

Figura 16 - Etapas de extração mineral em áreas licenciadas pela COOPEMI. (A e B) Escavadeira hidráulica em atividade; (C) Área minerada em morro; (D) Área minerada em várzea.



Fonte: Acervo COOPEMI (A) 2014; (B) 2013; (C) 2013; (D) 2016.

4.4.2 Preparação da matéria-prima

O material argiloso depois de extraído é armazenado nas proximidades da jazida para sofrer ação de intempéries, popularmente conhecida por “sazonamento”. Essa etapa é a primeira da preparação da massa, e consiste na estocagem de argila a céu aberto em períodos de tempo que variam de seis meses a dois anos. Essa exposição do material extraído às intempéries provoca a lavagem de sais solúveis, o alívio de tensões nos blocos de argilas, melhorando sua plasticidade e homogeneizando a distribuição de umidade. No entanto, devido aos elevados custos de estocagem, a grande maioria das indústrias,

constituídas por pequenas cerâmicas, não realiza esse procedimento (OLIVEIRA, 2011; ZANDONADI & LASHIMOTO, 1991).

Para a utilização de rochas sedimentares (taguás) no processo produtivo são necessárias técnicas de cominuição, que podem exigir operações de britagem e moagem, para a aplicação de rochas mais compactadas. O beneficiamento ocorre com auxílio de britadores em um ou dois estágios (primário e secundário). São utilizados britadores de mandíbulas, giratórios, rotativos e de rolos, e podem ainda estar associados a moinhos de martelo ou de impacto em vários estágios para obtenção das frações finas. Tais operações são intercaladas com sistemas de peneiramento para classificação das frações de argila obtidas no processo (CABRAL JR., *et al.* 2005).

A Figura 17 ilustra as pilhas de matérias-primas no processo de sazonalização e o moinho que realiza a etapa de beneficiamento das rochas sedimentares (taguás).

Figura 17 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Pilhas com matérias-primas para o sazonalização; (B) Pilha e moagem de rocha sedimentar (taguá) em moinho de martelo.



Fonte: Autor (2016)

Após o processo de maturação e beneficiamento, as argilas vão para o armazenamento, e passam pelo processo de blendagem, que é o desenvolvimento de uma formulação ideal, a partir da composição de uma série de matérias-primas. Na etapa de formulação busca-se, em geral de forma empírica, uma massa com plasticidade e fusibilidade ideal para propiciar trabalhabilidade e resistência mecânica na queima. A preparação da massa é feita geralmente através da mistura de uma argila plástica com uma argila menos plástica, podendo haver a incorporação de

um terceiro material, que geralmente é o taguá (MOTTA; ZANARDO; JUNIOR, 2001).

Existem diferentes maneiras de se fazer a blendagem para obtenção da massa padrão. Na grande maioria dos casos, por não conseguirem regularidade de matérias-primas com mesmas características, as empresas trabalham com percentuais que variam de acordo com as argilas que são disponíveis. Esse método, apesar de não ser o melhor e/ou o mais eficiente, ainda é realizado por muitas das pequenas olarias do país. As empresas que não se preocupam com a obtenção de uma massa com maior homogeneidade geralmente não realizam o processo de sazonalidade, e a blendagem é feita de forma empírica na pá carregadeira. Essa preparação inicial da massa é fundamental para a qualidade do produto e sua produtividade. No entanto, algumas cerâmicas não a fazem, ou a realizam de forma inadequada (OLIVEIRA, 2011). A figura 18A mostra a pilha de massa cerâmica preparada para entrar no processo.

O primeiro equipamento robusto do processo é o caixão alimentador (Figura 18B), que segundo Facincani (1992) possui até duas funções: a) alimentar o processo com o material blendado anteriormente, com certa constância; b) misturar diferentes matérias-primas, utilizando mais de um equipamento.

Depois de dosada e colocada no caixão alimentador, a argila passa por um processo pré mistura, que visa comiur os blocos maiores de argila. O equipamento que serve para realizar essa desagregação chama-se desintegrador (Figura 18C). O desintegrador é indicado quando o material argiloso se apresenta em estado natural, com baixa porcentagem de umidade e endurecido, formando torrões compactos e muito resistentes à ação homogeneizadora normal da argila. A máquina possui dois cilindros com anéis dentados, rotação diversa e número de giros distintos, e os melhores resultados são obtidos quando a umidade do material está compreendida entre 15 e 20 % (FACINCANI, 1992).

Depois de processada pelo desintegrador, a massa cerâmica passa por um equipamento chamado misturador (Figura 18D), que tem a função de corrigir a umidade para a extrusão e completar a blendagem total das argilas utilizadas como matérias-primas (OLIVEIRA, 2011).

É nessa etapa da preparação que o taguá (argilito) é acrescentado à massa. Em muitas indústrias é comum o uso de resíduos, dos mais variados tipos, que são aplicados na massa durante a mistura. A literatura traz que a cerâmica vermelha é um bom inertizador de alguns resíduos, como a própria quebra do processo pós-queima (ZACCARON *et al.* 2014), resíduos do carvão (STOLBOUSHKIN, IVANOV & FOMINA, 2016), resíduos vítreos (INOCENTE *et al.* 2017) entre outros.

Figura 18 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Pilhas de massa padrão preparada; (B) Vista frontal do caixão alimentador; (C) Vista do equipamento desintegrador; (D) Equipamento misturador.



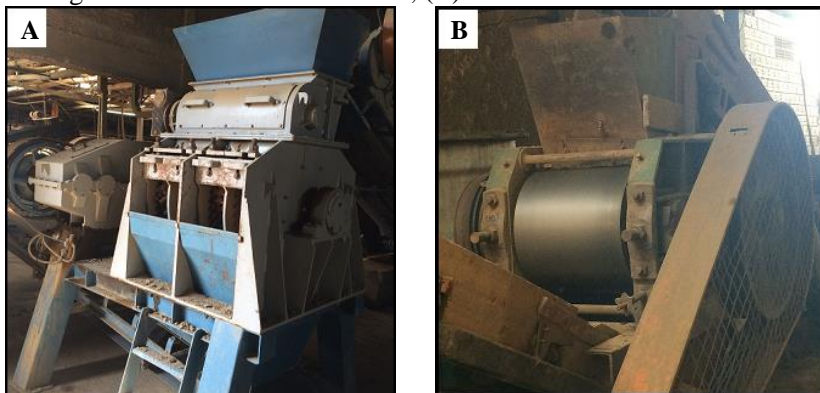
Fonte: Autor (2016)

Antes de a massa entrar no processo de conformação, essa ainda deve passar por dois equipamentos, o homogeneizador (Figura 19A) e o laminador (Figura 19B). O homogeneizador consiste em um rotor de martelos que força a argila a passar em uma peneira, fazendo com que a massa saia com um formato de grãos e com uma umidade bem definidos.

O laminador, segundo Facincani (1992), é um equipamento que não pode faltar nas linhas de pré-elaboração a úmido. É constituído essencialmente de dois cilindros lisos com rotações contrários e giros diferenciados. A ação do laminador consiste na redução, batimento e estiramento, fragmentando assim aglomerados de materiais não-

argilominerais que não foram retidos nos passos anteriores, para que não influenciem de forma negativa a extrusão.

Figura 19 - Etapas de preparação da massa padrão. (A) Vista do homogeneizador de massa cerâmica; (B) Vista do laminador.



Fonte: Autor (2016)

4.4.3 Conformação

Após preparada, a massa é encaminhada para a conformação da peça cerâmica. A extrusora (Figura 20A) é o equipamento responsável pelo transporte, compactação e extrusão da massa cerâmica. Durante este processo o fluxo deve ser o mais constante possível para garantir a qualidade dos produtos. Acoplado ao equipamento tem-se a câmara de vácuo, com função de densificar (adensar) a massa e eliminar ao máximo os espaços entre as camadas de argila (WIECK e DUAIBI FH, 2013; HÄNDLE, 2007).

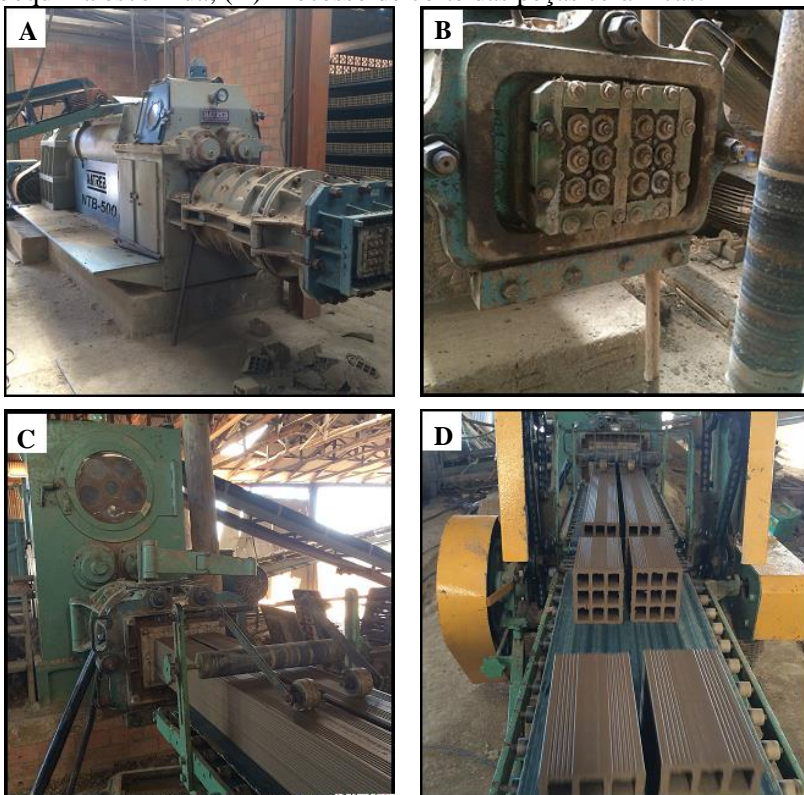
Durante o processo de extrusão, um dispositivo helicoidal força a argila através de uma matriz (Figura 20B), com o objetivo de impor uma forma contínua ao material. A matriz de extrusão, chamada de boquilha, representa um dos únicos mecanismos utilizados para dar forma personalizada à produção de cerâmica industrial (ANDREANI *et al.*, 2012).

O cortador consiste na última etapa de conformação das peças cerâmicas. Após o processo de extrusão, o filete cerâmico (Figura 20C) passa pelo cortador (Figura 20D), o qual definirá a última dimensão do produto cerâmico.

Uma vez conformadas, as peças cerâmicas são encaminhadas à etapa de secagem. A logística pode ser realizada de forma manual ou

automatizada, sendo a primeira a principal opção das micro e pequenas empresas do país. Porém, o automatismo durante essa etapa vem sendo mais utilizado nos últimos anos.

Figura 20 - Etapas de conformação das peças cerâmicas. (A) Vista da extrusora; (B) Vista frontal da extrusora, com a boquilha acoplada; (C) Coluna cerâmica saindo da extrusora, conformada de acordo com a boquilha escolhida; (D) Processo de corte das peças cerâmicas.



Fonte: Autor (2016)

4.4.4 Tratamento térmico

Após o processo de conformação, as peças de cerâmica vermelha são encaminhadas ao tratamento térmico, que se inicia com a secagem que é a retirada da umidade do corpo cerâmico seguida do processo de

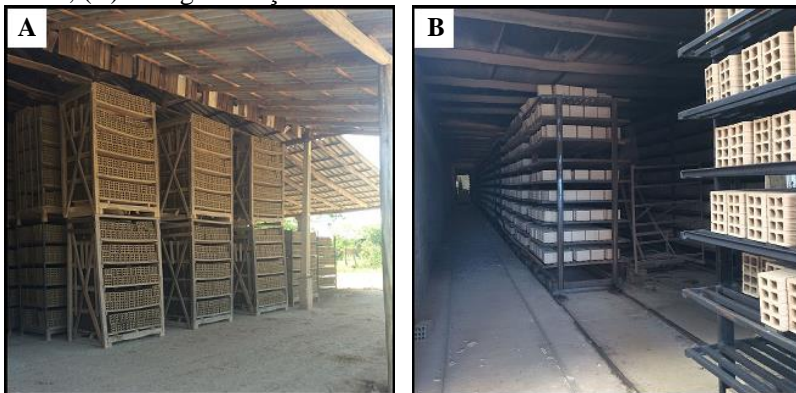
queima, onde ocorrem as maiores transformações físico-químicas e enrijecimento das peças.

4.4.4.1 Secagem

A secagem é uma etapa bastante delicada e complexa no processo de fabricação de cerâmica vermelha. É comum ocorrerem defeitos de secagem nas peças e que são perceptíveis somente após a queima. A compreensão dos mecanismos envolvidos na secagem permite, por exemplo, uma melhor percepção dos defeitos e da forma de como evitá-los (VIEIRA, FEITOSA & MONTEIRO, 2003).

O processo de secagem pode ser realizado de forma natural ou forçada (artificial). A Figura 21 ilustra a secagem natural pela exposição das peças ao tempo, e a secagem forçada, com secador contínuo.

Figura 21 - Secagem das peças cerâmicas. (A) Secagem por processo natural; (B) Secagem forçada através de secador contínuo.



Fonte: Autor (2016)

É um processo termodinâmico, que compreende a transferência da água de um material sólido úmido para a fase gasosa insaturada, mediante fornecimento de energia ao mesmo, sendo limitada pela umidade residual que sempre permanece no produto. Por convenção, todos os percentuais de umidade são referidos à massa do produto seco a uma determinada temperatura. Nesse contexto, se define como seca a peça que permanece com a massa constante depois de prolongado tratamento à temperatura de 75 °C (SCHWOB *et al.* 2016; OLIVEIRA, 2011; ALMEIDA, 2009; BROSAN & ROBINSON, 2003; FACINCANI, 1992).

Tijolos e telhas possuem um valor “ótimo” de variação tanto para retração linear de secagem quanto para queima. No processamento industrial, a retração linear de secagem é considerada ótima entre 5 e 8 %, sendo a situação mais aceitável entre 3 a 10 % (DONDI, 2006).

- **Secagem Natural**

O processo de secagem natural depende principalmente de fatores climáticos, pois as peças são expostas à temperatura ambiente e a secagem ocorre por meio da movimentação natural do ar. Esse procedimento ainda permanece como a forma mais encontrada de secagem nas empresas cerâmicas nacionais, devido ao baixo custo de investimento e manutenção, que se limita à construção de estrutura para abrigar as peças. A secagem natural, apesar de ser mais adotada pelas empresas, é considerada muito longa e ineficaz, devido às incertezas quanto a variações climáticas, como falta de vento, luminosidade e insolação adequada. Outros problemas encontrados pelos industriais, nesse método, é a excessiva manipulação das peças e a ocupação de grandes áreas para exposição das peças (SCHWOB *et al.*, 2016).

- **Secagem forçada (artificial)**

A secagem forçada possui como característica forçar o processo através da manipulação da temperatura e de injeção de ar em um equipamento denominado “secador”. O secador constitui-se de um ambiente fechado com capacidade variável, que pode ser ajustada conforme a carga a ser processada. Funciona com temperaturas que podem chegar a 200 °C, mas que, em geral, estão na faixa usual de 60 a 90 °C, utilizando o ar aquecido por uma fonte própria de geração de calor (fornalha) ou calor oriundo do resfriamento dos fornos (SCHWOB *et al.*, 2016).

De acordo com Facincani (1992), os secadores para cerâmica vermelha, segundo uma classificação geral que distingue somente as características fundamentais de cada tipo, se dividem em:

- estáticos;
- contínuos;
- semi-contínuos.

Secadores estáticos

Denominados como intermitentes, os secadores estáticos são constituídos por grupos de áreas separadas, normalmente chamadas de câmaras ou celas. A funcionalidade desse secador ocorre através do preenchimento das câmaras, por ar quente, movimentado por ventiladores (OLIVEIRA, 2011; FACINCANI, 1992).

Secadores semi-contínuos

Trata-se de um modelo de secador com circulação interna de ar, similar aos secadores contínuos quanto ao carregamento de produto e percurso dos carros, diferenciando-se dos contínuos apenas no ritmo empregado durante a carga de trabalho. Em termos de funcionamento, o semi-contínuo se aproxima tanto mais do contínuo, quanto mais longos forem os turnos de produção e o ciclo de secagem. No caso contrário é mais parecido com o estático (SCHWOB *et al.*, 2016).

Secadores contínuos

Os secadores contínuos são constituídos por galerias contendo um determinado número de carrinhos, onde os produtos são introduzidos por uma extremidade e retirados por outra. Através de massa de ar quente em contra corrente, as peças são secas de forma completa e uniforme. Esses tipos de secadores são desenvolvidos para trabalhar de forma contínua e regular, dia e noite e em certos casos, nos finais de semana (OLIVEIRA, 2011; FACINCANI, 1992).

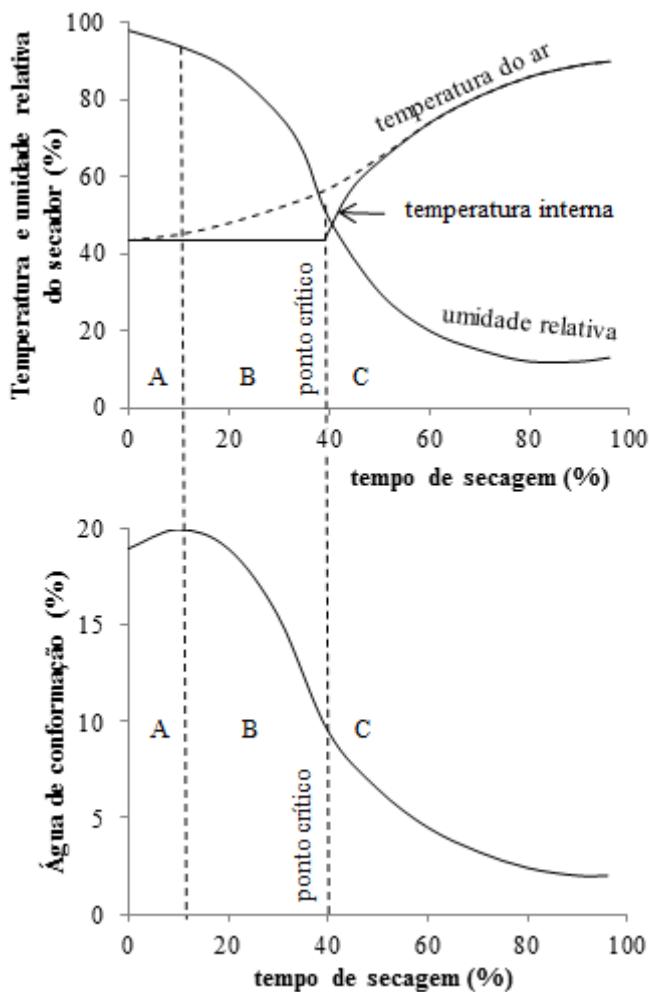
Com o mesmo princípio dos secadores contínuos, o secador rápido é projetado para otimizar o processo de evaporação de umidade das peças cerâmicas, trabalhando com ciclos inferiores a 5 h, com grande velocidade de evaporação superficial e formação de elevados gradientes de umidade e retração na espessura do produto. Deste modo, é importante que se trabalhe com massas cerâmicas que não ultrapassem 5 % de retração linear de secagem para evitar-se quebras durante esse processo. Enquadram-se como secadores rápidos: Secadores a rolo, secadores de balança e secador de talisca ou de esteira (SCHWOB *et al.*, 2016).

Em um contexto geral, para obtenção de melhores resultados durante o processo de secagem, independente da característica da secagem, Pracidelli & Melchiades (1997) e Crozetta *et al* (2016), apontam que a granulometria do material é de extrema importância, para que auxilie a difusão da água.

4.4.4.1.1 Ciclo de secagem

A figura 22 ilustra um ciclo de secagem segundo a literatura.

Figura 22 - Demonstração do ciclo de secagem.



Fonte: Adaptado de Alvarez (2013)

Segundo Alvarez (2013), o ciclo de secagem é dividido em três zonas, conforme observa-se na Figura 22, onde a primeira trata-se do aquecimento da peça (A), seguida da eliminação da água crítica (fim da retração) (B) e eliminação da água de porosidade (C).

Num primeiro momento faz-se o aquecimento da peça, e para que não inicie o processo de evaporação, é necessário que se trabalhe com um ambiente saturado (umidade interna do secador entre 80 e 100 %).

A secagem inicia na segunda zona (B), e é nela que os riscos de trinca são reais, uma vez que há retração da peça, dando origem a tensões e quebra no material seco. Para evitar a possibilidade de perdas, é necessário alcançar grande uniformidade de secagem, através de uma boa recirculação de ar através da peça.

Na transição entre as zonas B e C ocorre o momento em que a peça atinge o ponto crítico, muito próximo do final da contração. A partir desse momento, o principal agente de secagem torna-se a temperatura, deixando de ser a velocidade do ar, uma vez que o fator determinante da secagem passa a ser a separação das moléculas de água ligadas por ligações elétricas fortes às partículas de argila, e essa separação é basicamente obtida por temperatura.

A duração desse último estágio depende apenas do tempo necessário para que a umidade da peça esteja entre 2 e 3 %, que são os valores máximos permitidos para que a peça entre na queima.

Em resumo, tem-se que o tempo de secagem para uma mesma argila é diretamente proporcional:

- (i) À espessura da peça, desde o início do processo até a eliminação da água livre (ponto crítico), zona B;
- (ii) À espessura do produto elevada a uma potência próxima a 2, durante a eliminação de água de porosidade, zona C;
- (iii) Inversamente proporcional à diferença de temperatura entre peça e o ar durante o período de eliminação de água livre e uma grande parte do período correspondente à perda de água de porosidade.

O uso de sistemas de secagem forçada busca conseguir a secagem das peças com o menor consumo térmico e elétrico, no tempo mínimo e sem quebras outrora já citadas.

Para evitar possíveis problemas, é necessário aquecer a peça até que seu interior atinja equilíbrio com a temperatura superficial, e a partir de então, pode-se iniciar a secagem propriamente dita.

4.4.4.2 Queima

A queima é uma das etapas mais delicadas do processo cerâmico. Eventuais defeitos originados nas etapas anteriores revelam-se somente quando o material é queimado (TUBINO & BORBA, 2006).

Sabe-se que durante a queima a cerâmica vermelha sofre uma série de transformações que determinam as propriedades finais do produto. Os principais fatores envolvidos na fabricação de cerâmica vermelha são o tipo de matérias-primas, método de fabricação, procedimento de secagem, temperatura de queima e perfil de queima (JOHARI *et al.*, 2010).

Durante a queima, algumas transformações acontecem na estrutura da argila, o que explica a perda ao fogo, por exemplo. Os argilominerais quando aquecidos até 150 °C perdem água dos poros e a água adsorvida; entre 350 e 650 °C entram em combustão as substâncias orgânicas; e entre 400 e 900 °C ocorre a expulsão da água ligada estruturalmente sob forma de grupos OH⁻ (RIELLA, 2010). E alguns outros fenômenos acontecem à medida que há o aumento de temperatura, a 575 °C ocorre a transformação do quartzo- α em quartzo- β e vice-e-versa durante o resfriamento. A partir dos 700 °C verifica-se a reação química da sílica e da alumina com os elementos fundentes, dando lugar à formação de sílico-aluminatos complexos. Entre 700 e 950 °C há a decomposição dos carbonatos e acima de 1000 °C ocorre a sinterização do material, proporcionando particular dureza e compactação. Proceguindo-se o aquecimento chega-se à completa fusão do corpo cerâmico (OLIVEIRA, 2011).

Os fornos para queima de blocos cerâmicos são classificados como intermitentes ou periódicos e contínuos. Os fornos intermitentes são os mais utilizados no Brasil devido ao baixo custo de aquisição e manutenção (SPOSTO *et al.*, 2007).

Fornos intermitentes ou periódicos

Fornos intermitentes são compostos por câmaras simples e em bateria, nas quais os produtos, a instalação de queima e a de resfriamento permanecem em posição fixa em toda a duração do ciclo. Em outras palavras, o ciclo total de queima, consiste em carga manual, com aquecimento até uma determinada temperatura, patamar na temperatura máxima desejada, resfriamento e posteriormente a descarga manual (FACINCANI, 1992).

Esses fornos caracterizam-se por baixas produções, elevado consumo de combustível e de mão de obra. São fornos onde a temperatura

não é uniforme em toda a câmara, de modo que se observam diferentes graus de queima do material, em função da localização da peça durante o processo de queima. Normalmente são construídos por câmaras circulares ou retangulares, paredes e teto em forma de abóbada, todos constituídos com tijolos de alvenaria comuns (TUBINO & BORBA, 2006).

É importante frisar que os fornos intermitentes possuem baixa eficiência energética, com perdas demasiadas de calor, inviabilizando produções em larga escala. Henriques Júnior, Schwob & Rodrigues (2015) e Oliveira (2011), apontam como sendo fornos intermitentes:

- Forno Caieira;
- Forno Paulista;
- Forno Caipira;
- Forno Garrafão;
- Forno Abóbada.

A Figura 23A ilustra um forno intermitente do tipo Caipira em sua vista externa, já a Figura 23B, o carregamento desses mesmos fornos, em sua vista interna. É possível observar uma grande influência de trabalho braçal para carga desses modelos de fornos, inclusive na alimentação das fornalhas e descarga, que é realizada dentro dos mesmos moldes do carregamento.

Fornos contínuos

Os fornos contínuos são aqueles onde o ciclo de queima é realizado sem interrupção para carga ou descarga, isto é, enquanto a queima dos blocos cerâmicos de uma vagoneta (carro transportador) chega ao final, outra está sendo iniciada, sem descontinuidade. O princípio fundamental desses equipamentos é operar na mesma curva de queima, ininterruptamente (SPOSTO *et al.*, 2007; MÁ, 2005; HENRIQUES JÚNIOR *et al.*, 1993).

Os fornos contínuos tendem a uma queima mais uniforme, por não possuírem períodos de queima, como os fornos intermitentes, e são mais econômicos por volume de peças queimadas, com uma perda térmica menor em relação aos fornos intermitentes (HENRIQUES JÚNIOR, SCHWOB & RODRIGUES, 2015).

Os tipos de fornos contínuos utilizados na indústria de cerâmica vermelha são, segundo Henriques Júnior, Schwob & Rodrigues (2015), Oliveira (2011), Sposto *et al.* (2007) e Facincani (1992):

- Forno Hoffman;
- Forno do tipo Câmara;
- Forno Túnel;

- Forno Vagão;
- Forno Móvel;
- Forno Cedan;
- Forno a Rolo.

Nas Figuras 23 (C e D), observa-se a carga (C) e descarga (D) dos fornos contínuos do tipo túnel.

Figura 23 - Fornos: (A e B) Intermitentes; (C e D) Contínuos.



Fonte: Autor (2016)

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados das propriedades físicas foram analisados estatisticamente pelo do teste de Tukey. O Teste proposto por Tukey (1953), consiste na comparação entre a diferença honestamente

significativa (*honestly significant difference*)(HSD) e a diferença totalmente significativa (*wholly significant difference*)(WSD). É um teste exato em que, para todas as comparações duas a duas, a taxa de erro dos testes (FWER) é exatamente α (e o intervalo de confiança é exatamente $1-\alpha$). Métodos de comparações múltiplas exatos são raros. O teste de Tukey tem se mostrado analiticamente mais adequado, no sentido que, entre todos os procedimentos que resultam em intervalos de confiança com mesmo tamanho para todas diferenças duas a duas com coeficiente de confiança de pelo menos $1-\alpha$, o teste de Tukey resulta em intervalos menores. Isso quer dizer que, se a família consiste em todas comparações duas a duas e o teste de Tukey pode ser usado, ele resultará em intervalos menores que qualquer outro método de comparação múltipla de uma etapa.

A estatística trabalha com coleta, apresentação, análise e uso dos dados para tomar decisões, resolver problemas e planejar produtos e processos. Dentre as diversas técnicas de análises e planejamento experimentais, o uso do delineamento de misturas se destaca. Por exemplo, vários materiais são formados pela mistura de seus componentes e as propriedades do produto manufaturado dependem das proporções dos componentes na formulação (CORNELL, 2002).

O delineamento de misturas permite escolhas de modelos matemáticos significativamente eficazes para previsão das propriedades mecânicas a partir do conhecimento prévio das propriedades de cada componente original, bem como das composições em determinadas proporções fundamentais, fazendo apenas alguns experimentos. Essa metodologia otimiza custos no desenvolvimento de novos materiais, tendo em vista a quantia de matérias-primas destinadas à cerâmica. Portanto, é possível através do uso de metodologia de superfícies de resposta delimitar a gama de composições que permite produzir um corpo cerâmico com características pretendidas, sujeito a restrições impostas pelo processo fabril (MEDEIROS, 2010).

O propósito geral de experimento com composições é tornar possível, por meio de superfícies de resposta, a estimativa das propriedades de um sistema multicomponente, a partir de um número limitado de observações. Essas observações são obtidas de combinações pré-selecionadas dos componentes na tentativa de se determinar quais delas, de alguma maneira, otimizam a resposta (BARROS NETO, SCARMINIO & BRUNS, 2001).

Em um planejamento de misturas, Medeiros (2010) e Barbosa (2006) explanam que as propriedades de uma composição são

determinadas pelas proporções de seus componentes, onde a soma de todas elas deve totalizar 100%, através da equação 1.

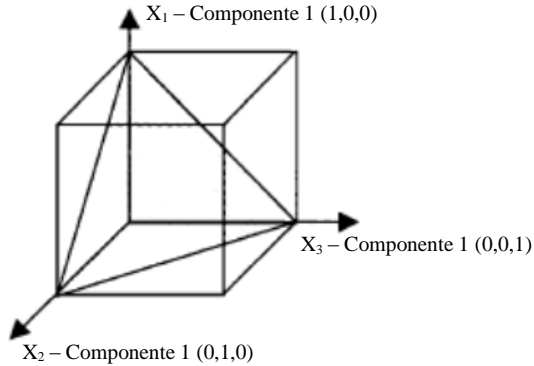
$$\sum_{i=1}^q x_i = x_1 + x_2 + \dots + x_q = 1 \quad (\text{equação 1})$$

sendo x_i a proporção do i -ésimo componente numa escala em que 100% corresponde a 1 (um), sendo variáveis dependentes, ou seja, a alteração da proporção de um dos componentes da formulação causará mudança na proporção de pelo menos um dos demais componentes. A existência dessa restrição torna o espaço disponível para experimentação mais restrito. No caso de planejamento de misturas de três componentes, a equação 1, torna-se a equação 2:

$$x_1 + x_2 + x_3 = 1 \quad (\text{equação 2})$$

A equação 2 pode ser transferida geometricamente a um triângulo equilátero inscrito no cubo, conforme observado na Figura 24.

Figura 24 - Espaço experimental para processos com três variáveis.



Fonte: Montgomery (2013)

Planejamento simplex $\{q, m\}$ é usado para estudar os efeitos dos componentes da mistura sobre a variável de resposta. Onde q consiste em pontos definidos pelas configurações de coordenadas: as proporções assumidas por cada componente tomam $m + 1$ valores igualmente espaçados de 0 a 1:

$$x_i = 0, \frac{1}{m}, \frac{2}{m}, \dots, 1 \quad i = 1, 2, \dots, p \quad (\text{equação 3})$$

e todas as combinações possíveis (misturas) das proporções da Equação 3 são usadas. Como por exemplo, $p = 3$ e $m = 2$. Então:

$$x_i = 0, \frac{1}{2}, 1 \quad i = 1, 2, 3 \quad (\text{equação 4})$$

E a rede simplex consiste nas seguintes seis corridas:

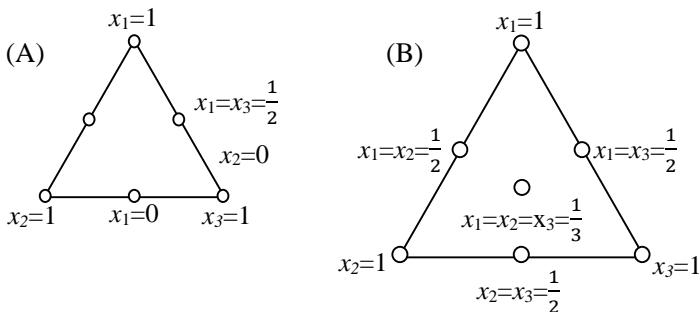
$$(x_1, x_2, x_3) = (1, 0, 0), (0, 1, 0), (0, 0, 1), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

Projeto simplex $\{3, 2\}$ é mostrado na Figura 25A. Os três vértices $(1, 0, 0)$, $(0, 1, 0)$ e $(0, 0, 1)$ são as misturas puras, enquanto os pontos $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right)$, $\left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right)$ e $\left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$ são misturas binárias ou misturas de dois componentes localizadas nos pontos médios dos três lados do triângulo.

Segundo Barbosa (2006), cada uma das proporções dos componentes na mistura é um número fracional e a soma das frações é igual a um. Quando delimitados numa rede, esses pontos formam um arranjo simétrico com relação aos vértices e lados do simplex.

De acordo com Medeiros (2010), uma abordagem alternativa da rede simplex é o simplex com pontos no centroide apresentado na Figura 25B. Nesse tipo de planejamento, existirão além de $2q - 1$ pontos, os pontos do centroide $(1/q)$. Assim, quando se pretende observar a influência real da mistura dos q componentes, utiliza-se o planejamento simplex centroide.

Figura 25 - (A) Rede simplex $\{3, 2\}$; (B) Rede simplex $\{3, 2\}$ centroide.

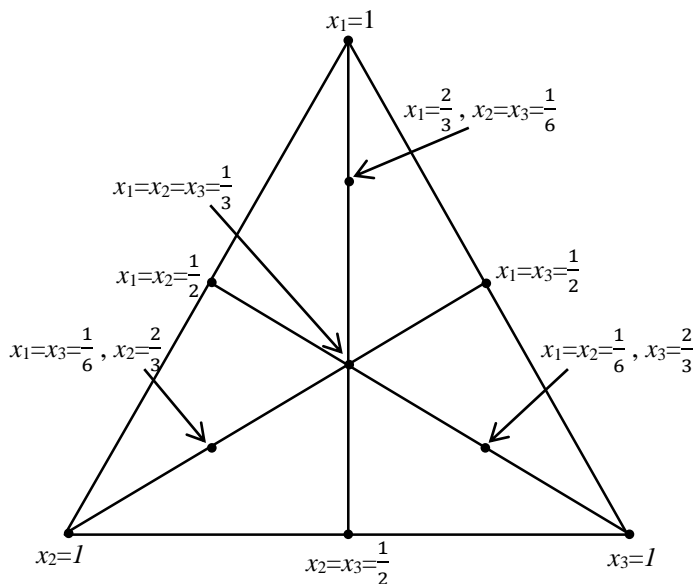


Fonte: adaptado de Montgomery (2013)

Os pontos no interior do espaço simplex representam misturas em que todas as proporções dos componentes são diferentes de zero. O ponto central representa uma mistura onde as proporções dos componentes são iguais; os meios dos lados correspondem a misturas de dois componentes, em que cada um está na proporção de 50%; o ponto de interseção das medianas corresponde a uma mistura em que cada ingrediente contribui com $(1/3)$ (MEDEIROS, 2010).

A Figura 26 mostra a estrutura de rede simplex $\{3, 2\}$ aumentada com os pontos axiais. Este projeto tem 10 pontos, com quatro destes pontos no interior do simplex.

Figura 26 - Um projeto aumentado da estrutura do simplex.



Fonte: adaptado de Montgomery (2013)

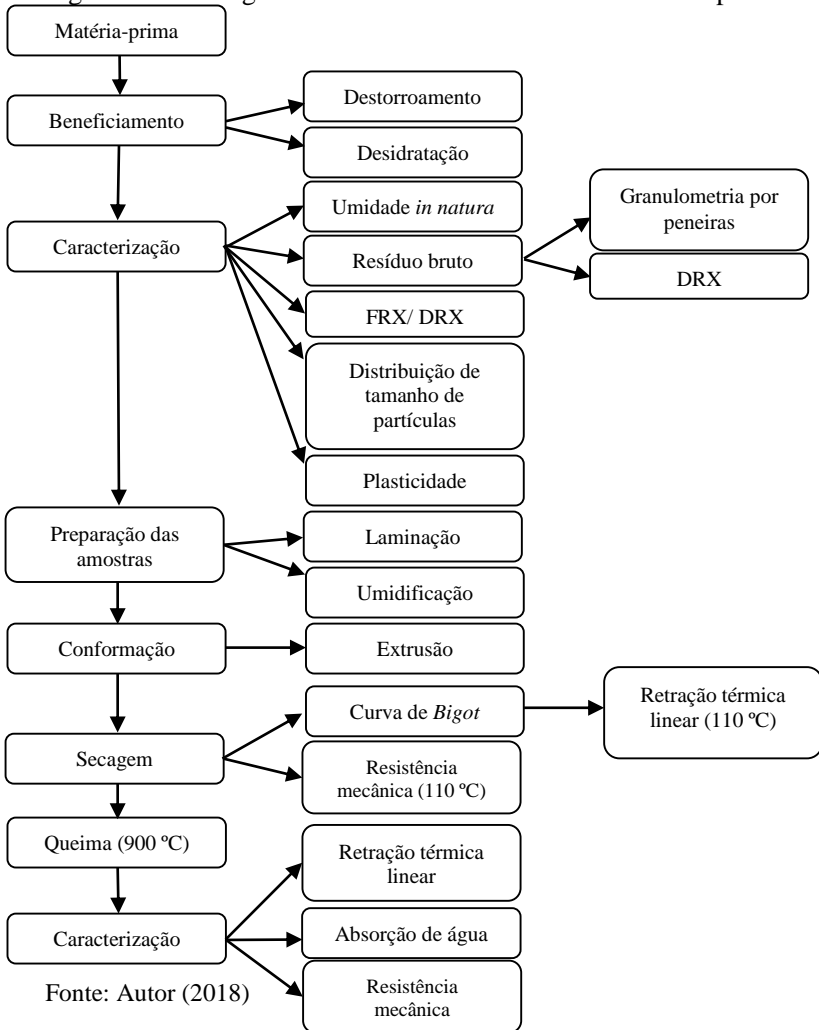
Esse modelo foi o mesmo adotado para a realização deste estudo, onde x_1 é referente à argila plástica, x_2 à argila arenosa e x_3 ao material não-plástico. Os demais pontos são equivalentes às misturas utilizando diferentes percentuais dessas matérias-primas.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo será apresentado o procedimento experimental adotado para realização do estudo, bem como todas as fases e análises investigativas.

A pesquisa consiste em duas etapas, sendo a primeira a caracterização de uma série de argilas cujo estão esquematicamente mostradas no fluxograma apresentado na figura 27

Figura 27 - Fluxograma das atividades desenvolvidas na etapa 1.

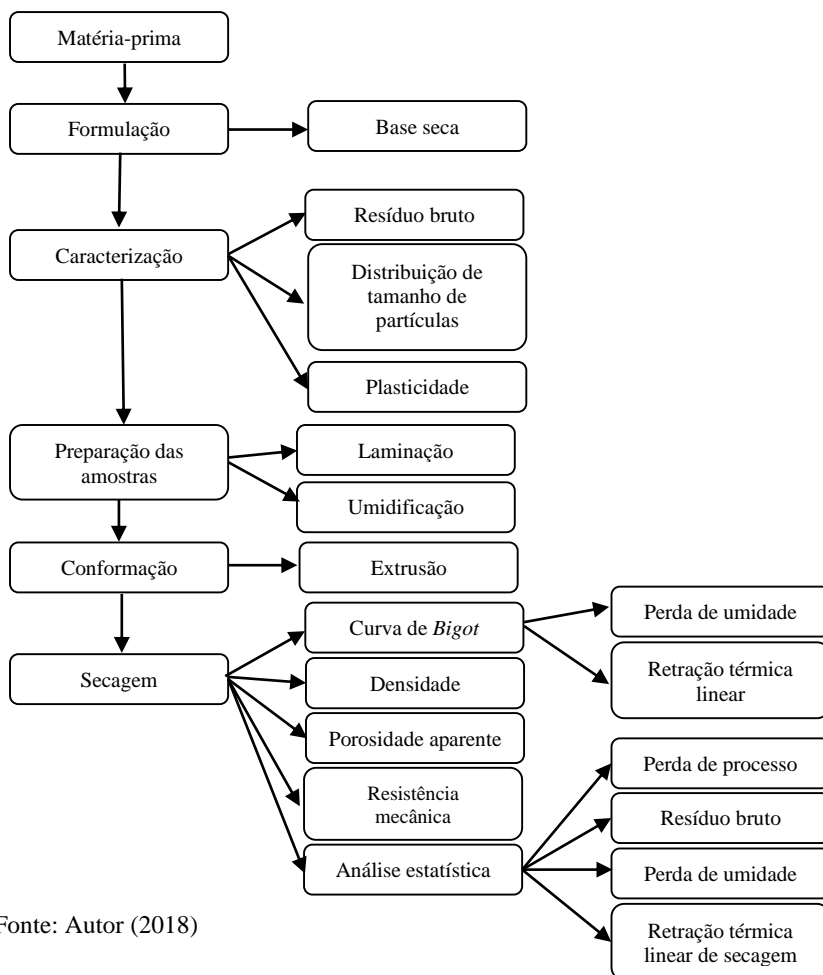


Foram avaliadas 6 (seis) argilas da região sul do estado de Santa Catarina usadas para fabricação de cerâmica vermelha.

As argilas foram classificadas em plásticas, arenosas e não-plásticas, de acordo com os ensaios realizados.

Uma vez investigadas, as argilas foram reduzidas a 3 (três), e por planejamento de misturas foram desenvolvidas 10 (dez) formulações, que passaram para a etapa 2, na qual as atividades desenvolvidas estão apresentadas no fluxograma da Figura 28.

Figura 28 - Fluxograma das atividades desenvolvidas na etapa 2.



Fonte: Autor (2018)

A caracterização das matérias-primas e dos corpos-de-prova foram realizadas em algumas instituições da região de Criciúma, SC, sendo estas os laboratórios de Cerâmica, de Microscopia, de Operações Unitárias, de Caracterização de Materiais (CECAM) do Instituto de Engenharia e Tecnologia (IDT) e dos Laboratórios de Cerâmica Técnica (CERTEC) e do Grupo de Materiais Cerâmicos (GMC), todos localizados no Parque Científico e Tecnológico da UNESC (i.Parque/Unesc), no Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento, da Colorminas, no Laboratório de Materiais Cerâmicos Cocal (LaMaCC) em Cocal do Sul, SC, Laboratório de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais (LDCM) do Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (SENAI) / Centro de Tecnologia em Materiais (CTCMAT), e no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER), localizado em Morro da Fumaça, SC.

5.1 ETAPA 1

A primeira etapa do estudo teve por finalidade investigar as argilas selecionadas para compor o estudo. Serão apresentadas classificações empíricas para cada uma delas, através da avaliação de textura e por posição geológica.

Posteriormente, foram realizados testes físico-químicos, mecânicos e mineralógicos com o intuito de conhecer as características de cada uma dessas argilas, e através dessas informações buscar as melhores matérias-primas que viriam a compor as formulações da etapa seguinte do estudo.

Para fabricação de artefatos de cerâmica vermelha, propõe-se a utilização de três argilas, com características distintas, sendo uma plástica, uma arenosa e um material não-plástico. Portanto, após a investigação das matérias-primas na primeira etapa, as mesmas foram classificadas segundo seu resíduo bruto, força de impulsão a 20 % de umidade em massa, umidade ideal de conformação, retração térmica linear de secagem (a 110 °C) e resistência mecânica à compressão a seco (a 110 °C). Os resultados, em sua grande maioria foram comparados à literatura.

Após a classificação das argilas (plásticas, arenosas e material não-plástico), em um momento posterior essas passaram por uma segunda avaliação, para serem escolhidas apenas uma, dentre sua classificação. Foram avaliados os resultados dos ensaios de retração térmica linear de secagem (a 110 °C), retração térmica linear de queima, absorção de água e resistência mecânica à compressão (a 900 °C).

5.1.1 Matérias-primas

As matérias-primas usadas no estudo foram cedidas pela COOPEMI (Cooperativa de Extração Mineral da Bacia do Rio Urussanga), sediada em Morro da Fumaça, SC; Cerâmica Felisbino, sediada em Jaguaruna, SC e Cerâmica Galatto, sediada em Cocal do Sul, SC. As argilas foram coletadas diretamente no local de mineração, já os argilitos (taguás) foram coletados nas empresas, após o processo obrigatório de cominuição.

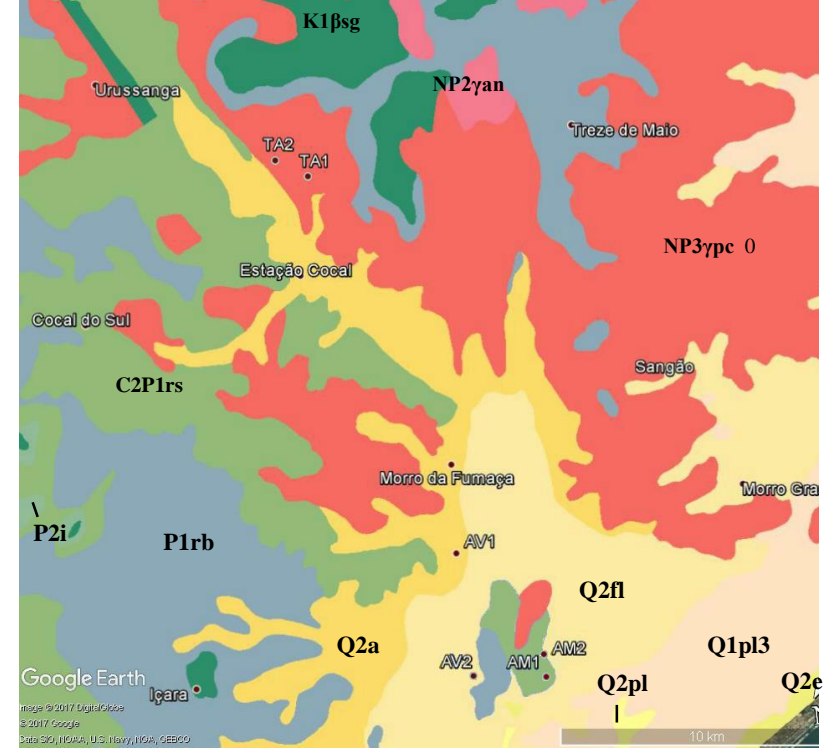
Conhecer as matérias-primas antes de iniciar o processo de blendagem se faz de fundamental importância para que se tenha êxito na determinação das formulações aplicadas. A natureza das argilas disponíveis para consumo é o fator que determina qual o tipo de equipamento e tecnologia mais adequados para uma determinada fábrica. E por fim, conhecimento sobre a geologia, pode auxiliar na busca de novas áreas com busca de argilas com determinadas propriedades, que venham ter benefício no processo fabril (MINEROPAR, 2007).

A área onde as matérias primas foram extraídas se localiza na porção sudeste do estado de Santa Catarina, onde afloram rochas sedimentares e vulcânicas que constituem a sequência da borda leste da Bacia do Paraná e sedimentos não consolidados que constituem a Planície Costeira ou formam depósitos aluviais atuais. O embasamento cristalino regional é composto de rochas granitoides tardias pós-tectônicas.

Nesta porção do estado observa-se uma tendência de alteração geológica da Serra Geral até a região costeira. No interior situa-se a Serra do Rio do Rastro, onde, em 1908, White definiu a consagrada Coluna White (WHITE, 1908). Já na região costeira, também ocorre uma diversidade enorme de depósitos de areia, silte e argila, relacionados a processos marinhos e continentais, como é possível observar na Figura 29, que ilustra o mapa geológico da região cujas argilas foram extraídas. Essa mesma região pode ser observada no mapa do Apêndice B.

A região costeira, ilustrada no mapa pelas colorações amarelas, são representações geológicas do período quaternário, ou seja, são mais atuais. Indo ao interior do estado, em direção a Serra do Rio do Rastro, encontram-se as formações da Bacia do Paraná, que é uma bacia intracratônica preenchida por rochas sedimentares e vulcânicas, com desenvolvimento entre o Ordoviciano e o Cretáceo. Na Folha Criciúma suas sequências aflorantes apresentam idades variando desde o Permiano até o Cretáceo (SILVA & LEITES, 2000).

Figura 29 - Mapa geológico da área de estudo.



Fonte: Google (2017)

Legenda			
Q2a	Depósitos aluvionares	P2i	Formação Irati
Q2pl	Depósitos de planície lagunar	P1rb	Formação Rio Bonito
Q2e	Depósitos eólicos	C2P1rs	Membro Rio do Sul
Q2fl	Depósitos fluvio lagunares	NP2γan	Granitoide Santo Antônio
Q1pl3	Depósitos de planície lagunar	NPγpc	Granito Imaruí-Capivari
K1βsg	Grupo Serra Geral		

- **AV1**

A argila denominada AV1 foi cedida pela Cooperativa de Extração Mineral da Bacia do Rio Urussanga (COOPEMI), e se encontra em Içara, SC, em uma localização geográfica de 28°41'03,2''S e 49°12'51,4''W, em uma área de aproximadamente 54.551 m².

Muito embora sua área de extração seja de cava alagada (ambiente de várzea), ela apresenta uma textura bastante característica, onde é possível ver a olho nu grande quantidade de quartzo livre. Com base nisso, e com a posição geográfica que se encontra a área de mineração

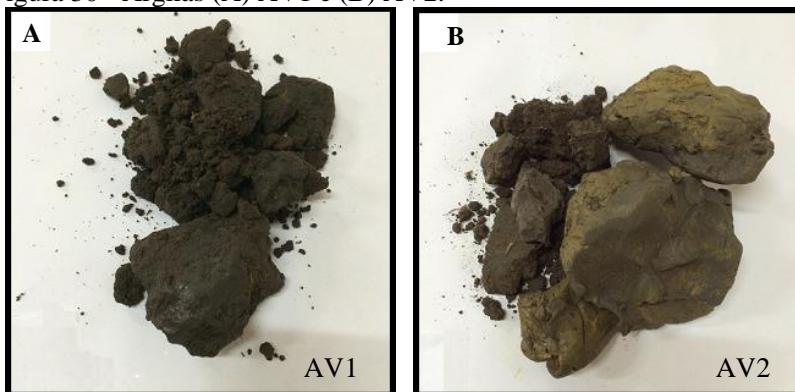
dessa matéria-prima, que é em depósitos aluvionares, que em teoria são sedimentos siltico-argilosos, classifica-se tal argila como sendo *aluvial clay*, onde caracteriza-se com um local de depósito das camadas superficiais (alteração) dos morros do entorno, que por meio de processos gravitacionais e ação das chuvas, depositaram ao longo de muitos anos os sedimentos naquela área. Essas altas quantidades de quartzo também podem defini-la como *siliceous clay*. Sobre a coloração da argila, a Figura 30A apresenta a AV1, e o tom escuro do material apresentado, explicado pelo baixo percentual de óxido de ferro (Fe_2O_3).

- **AV2**

A argila denominada AV2 também foi cedida pela COOPEMI. Se localiza no município de Içara, SC, em uma localização geográfica de 28°42'30,4"S e 49°12'25,7"W, numa área de 50.886 m².

Assim como AV1, a argila AV2 também é extraída em área de cava alagada (várzea) sendo da Era Cenozoica (Quaternário), também oriunda de depósitos sedimentares relacionados a oscilações glacio-eustáticas, porém, diferentemente da primeira, essa possui baixo percentual de sílica (observável a olho nu), e por ser extraída em uma área inundada (várzea), é classificada como *flood-plain clay*. Aparenta ser uma argila de alto teor plástico, onde é utilizada nas cerâmicas vermelhas da região com esse fim, sendo, portanto, caracterizada como *brick clay*. Como está em um ambiente de várzea, é caracterizada como argila transportada, estando nos Depósitos Flúvio Lagunares (Quaternário). AV2 está ilustrada na Figura 30B.

Figura 30 - Argilas (A) AV1 e (B) AV2.



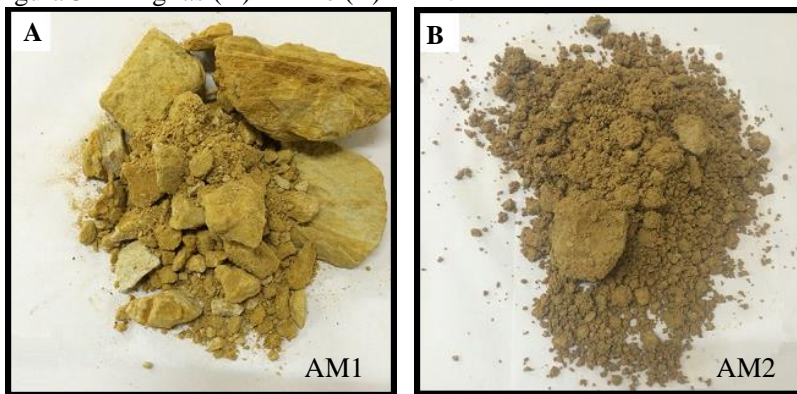
Fonte: Autor (2017)

- **AM1**

Assim como as argilas anteriormente descritas (AV1 e AV2), a argila AM1 também foi cedida pela COOPEMI. A área de mineração dessa matéria-prima localiza-se em Içara, SC, em uma área de 34.554 m², estando geograficamente em 28°43'23,1"S e 49°11'09,9"W.

A argila AM1 está localizada geograficamente na formação Rio do Sul, onde ocorrem folhelhos carbonosos muito bem estruturados, sendo facilmente desagregadas e conglomerados com acamadamento gradacional, ritmitos, varvitos com seixos pingados e arenitos muito finos a médios, com laminações plano-paralelas e cruzadas, onduladas, convolutas, *climbing*, *flaser* e *hummocky*. Essa argila não é extraída em cavas alagadas, e sim em taludes e por isso é comumente denominada de “argila de morro”, sendo aplicada no processo fabril como sendo argila arenosa, ou seja, *siliceous clay*, a cor amarelada pode ter influência da presença de óxido de ferro (Fe₂O₃), o que caracteriza a colocação avermelhada após queima, usada para fabricação de cerâmica vermelha (*brick clay*). A Figura 31A mostra a argila AM1.

Figura 31 - Argilas (A) AM1 e (B) AM2.



Fonte: Autor (2017)

- **AM2**

A argila AM2 foi cedida pela Cerâmica Felisbino Ltda., sediada em Jaguaruna, SC, e foi extraída nas proximidades da AM1, em Içara, SC, em uma área de aproximadamente 15.845 m², sob coordenadas 28°43'02,8"S e 49°11'05,6"W.

Muito embora o local de extração das argilas AM1 e AM2 sejam muito próximos (entorno de 600 m), é visível a diferença de textura entre

as mesmas. A geologia também se equipara à argila AM1, o que a classifica como “argila de morro”, sendo arenosa, ou seja, se enquadrando como *siliceous clay*. A coloração amarelada da argila também pode ser influência do óxido de ferro (Fe_2O_3) que predomina nas argilas usadas para cerâmica vermelha (*brick clay*).

Devido à alta proporção de sedimentos nesse tipo de material, essas argilas atuam como material não-plástico e auxiliam no processo de secagem, sendo fundamental na blenda de massas para cerâmica vermelha. A Figura 31B mostra a argila AM2.

• TA1

A matéria-prima TA1 é popularmente chamada de “taguá”. Os taguás, que são rochas sedimentares (argilito), com presença de argilominerais, são altamente fundentes e ajudam na qualidade e principalmente na resistência mecânica do produto final. Por serem materiais de alta dureza, necessitam de beneficiamento como forma de cominuir, e trabalhando com granulometria maior podem auxiliar no processo de secagem.

Esse material foi cedido pela Cerâmica Felibino LTDA, de Jaguaruna, SC, e foi minerada em uma área de 16.395 m², no município de Urussanga, SC, em coordenada, 28°33’40,9”S e 49°15’24,8”W.

TA1 está geologicamente localizada na formação Granito Imaruí-Capivari, porém, por ser um argilito, não pode ser granito. Embora não esteja representado no mapa (devido à escala do mapeamento) o que ocorre na região onde é minerado são rochas sedimentares, muito provavelmente siltitos da Formação Rio do Sul, uma pequena exposição, depositada sobre o embasamento granítico.

Por haver necessidade de beneficiamento, TA1 foi coletado diretamente do box de armazenamento de matéria-prima da empresa, após o processo de moagem. A Figura 32A mostra o “taguá” TA1 no estado bruto e após a moagem.

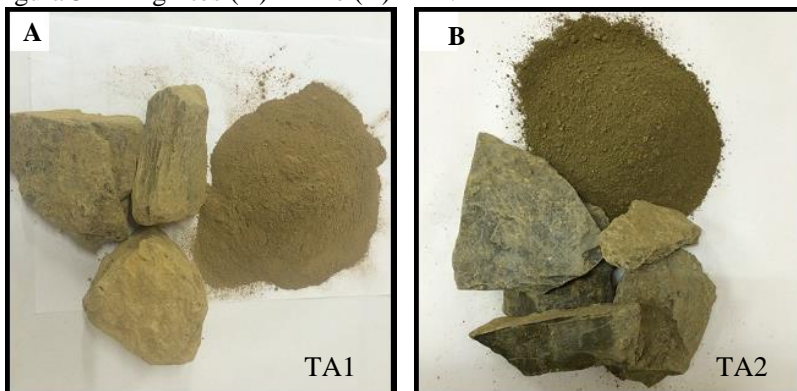
• TA2

A matéria-prima TA2 também é enquadrada como um “taguá”, com propriedades idênticas às citadas anteriormente em TA1. Tal material foi cedido pela Cerâmica Galatto LTDA, localizada em Cocal do Sul, SC, e sua mineração ocorre nas proximidades da área de TA1, em uma frente de 40.832 m² aproximadamente, no município de Urussanga, SC, nas coordenadas 28°33’26,2”S e 49°15’37,9”W.

Muito embora as minerações de TA1 e TA2 sejam bem próximas (entorno de 500 m), e dentro da mesma formação geológica, possíveis mudanças no perfil do terreno fazem com que aconteçam alterações nas propriedades de cada uma das matérias-primas.

Assim como TA1, o “taguá” denominado TA2 passou por processo de cominuição através de moagem, e foi coletado diretamente do box de armazenamento de matéria-prima da empresa. A Figura 32B mostra o “taguá” TA2 no estado bruto e após a moagem.

Figura 32 - Argilitos (A) TA1 e (B) TA2.



Fonte: Autor (2017)

5.1.2 Beneficiamento

As argilas sofreram o processo de quarteamento conforme estabelecido pela literatura (DA LUZ, SAMPAIO & DE ALMEIDA, 2004), e após serem coletadas, foram encaminhadas ao laboratório, onde as argilas passaram por laminação (Marca Bertan), para diminuir os torrões maiores, e posteriormente desidratadas em estufa por aproximadamente 48 h, a 45 ± 5 °C. Após perda da umidade as argilas foram novamente desagregadas em laminador para maior cominuição dos blocos maiores. Os “taguás” conforme já citado, foram passados pelo processo de moagem nas indústrias que as cederam.

Após os processos, as argilas foram acondicionadas em sacos para a não alteração da umidade, e encaminhados ao Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER), onde foram mantidos em locais isentos de iluminação, e posteriormente foram utilizados para realização dos testes de caracterização.

5.1.3 Caracterização das matérias-primas

5.1.3.1 Umidade *in natura*

O ensaio consiste em retirar uma pequena quantia do material bruto, pesar e posteriormente desidratar e pesar. A umidade é calculada em percentuais pela medida das massas úmidas e secas, utilizando-se a equação 05.

$$U = \frac{(m_u - m_s)}{m_u} \times 100 \quad (\text{equação 05})$$

Onde:

U = Umidade *in natura* (%)

m_u = massa úmida (g)

m_s = massa seca (g)

5.1.3.2 Resíduo bruto

O ensaio consiste na desidratação total de uma pequena porção de argila, que em seguida é pesada e diluída em água até formar uma solução aquosa, sendo repousada por 24 h para desagregação dos grãos. Após o período de espera, o material é passado por uma peneira 325 mesh (44 μm). A quantia de material retido na peneira é desidratada, e pela equação 06 tem-se o percentual de resíduo bruto na argila.

$$Rb = \frac{m_r}{m_{am}} \times 100 \quad (\text{equação 06})$$

Onde:

Rb = Resíduo bruto (%)

m_r = massa retida na peneira (g)

m_{am} = massa da amostra inicial (g)

Após se obter o percentual de resíduo bruto na argila, a mesma foi ensaiada para determinação de distribuição de tamanho de partícula em um agitador eletromagnético para peneiramento (BerTel) no laboratório de Cerâmica da UNESC, através das peneiras de malhas 100 mesh (149 μm), 140 mesh (105 μm), 200 mesh (74 μm) e 325 mesh (44 μm) para investigar a melhor distribuição conforme Oliveira (2011).

Para identificar as fases presentes no resíduo bruto, utilizou-se a técnica de difratometria de raios X (DRX), em um difratômetro de raios

X (Siemens, modelo D5000), com radiação $\text{CuK}\alpha$, potência de 40 Kv e corrente de 25 mA. Tal ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais do i.Parque/UNESC

5.1.3.3 FRX/ DRX

Para a caracterização das matérias-primas foram, inicialmente, desagregadas em almofariz e então peneirada em peneira de malha 200 mesh (74 μm). Subsequentemente, parte do material da amostra foi analisada quimicamente, mediante espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) método mais usual para determinação da composição química quantitativa de materiais cerâmicos. Essa análise foi realizada em um espectrômetro Bruker (S2 Ranger).

Já a caracterização mineralógica das matérias-primas foi realizada por difratometria de raios X (DRX) em um difratômetro Bruker (D2 Phaser). O material seco foi depositado em um porta-amostras do analisador com varredura entre 2θ 10 a 80° , com velocidade de $2^\circ/\text{min}$, aceleração de 30 kV e 30 mA e comprimento de onda $\text{Cu K}\alpha_1$ de $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$.

Ambas as análises foram realizadas no Laboratório Pesquisa e Desenvolvimento da empresa Colorminas.

5.1.3.4 Distribuição de tamanhos de partículas

A determinação da distribuição de tamanhos de partículas para a identificação do tamanho médio foi realizada por difratometria a laser (CILAS 1064), no Laboratório de Caracterização de Materiais do i.Parque/UNESC, numa faixa de 0,04 μm a 500 μm , durante um período de 60 s.

5.1.3.5 Plasticidade

A investigação para analisar a plasticidade da argila foi determinada através do método de indentação, que segundo Elyseu (2014) consiste em medir a resistência que uma massa cerâmica impõe quando submetida a uma força aplicada por um punção, medida em quilograma-força, cuja interpretação gráfica é dada pela força máxima aplicada em função do percentual de umidade da massa.

Também foi realizado o método de deformação plástica, para descobrir o percentual de umidade ideal para cada amostra avaliada. O método escolhido foi o de *Pfefferkorn*, onde o índice é definido como a

porcentagem de água na qual a amostra do ensaio experimenta uma retração de 33% em relação à sua altura inicial, que neste caso é de 40 mm. Portanto, o índice de plasticidade de *Pfefferkorn* é o valor percentual de umidade da amostra quando a altura final for igual a 12 mm (TORETTI *et al.*, 2012; AICE/ITC, 1992). O teste de indentação foi realizado em um equipamento desenvolvido por Constantino (2005), localizado no Grupo de Materiais Cerâmicos GMC, i.Parque/Unesc, e o método de *Pfefferkorn* foi realizado em um plasticímetro (NATREB) no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (Labcer).

A equação 07 foi utilizada para descobrir a deformação para o ensaio realizado no método de *Pfefferkon*:

$$\varepsilon = \frac{(h_0 - h_f)}{h_0} \times 100 \quad (\text{equação 07})$$

Onde:

ε = deformação plástica (%)

h_0 = altura inicial (mm)

h_f = altura final (mm)

5.1.4 Preparação das amostras

Uma vez descoberta a umidade ideal de trabalho das argilas, investigadas pelo método de *Pfefferkorn*, cada uma das matérias-primas, já desidratadas e destorroadas, foram umidificadas e posteriormente postas para descansar em sacos plásticos por 24 h, para uma melhor homogeneização. Um processo de laminação (Laminador laboratorial Bertan) foi realizado para preparar as matérias-primas ao processo seguinte de conformação.

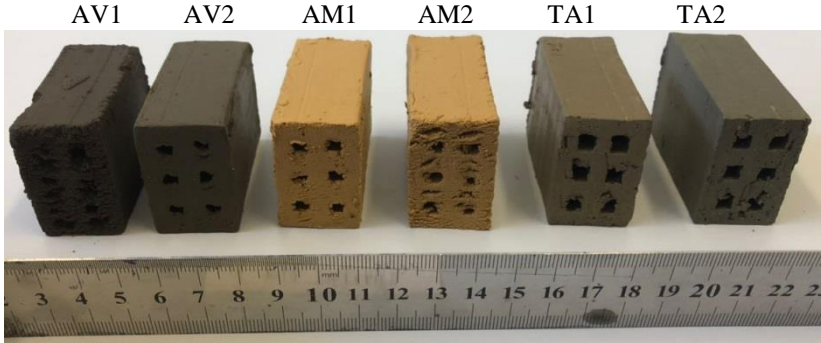
A preparação das matérias-primas foi realizada no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER).

5.1.5 Conformação

A conformação das argilas foi realizada através de extrusão (extrusora a vácuo Servitech, modelo CT-083), com pressão de vácuo 760 mm Hg, no Grupo de Materiais Cerâmicos (GMC), i.Parque/ Unesc.

Os corpos-de-prova foram conformados em formato de blocos tradicionais de vedação, com medidas 25 x 40 x 55 mm, e podem ser visualizados na imagem da Figura 33.

Figura 33 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-extrusão.



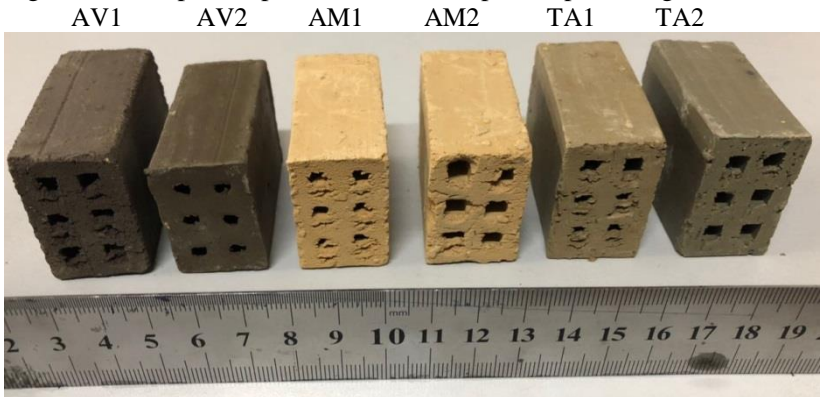
Fonte: Autor (2018)

5.1.6 Secagem

As amostras, nessa primeira etapa foram secas em estufa (Gigante Produtos Médicos) a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ no laboratório do Grupo de Materiais Cerâmicos (GMC) por 24 h. A temperatura de secagem foi realizada de acordo com a literatura (OLIVEIRA, 2011). Passaram pela secagem 10 corpos-de-prova.

A Figura 34 ilustra os corpos-de-prova secos, após essa etapa.

Figura 34 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-secagem a $110\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Fonte: Autor (2018)

5.1.6.1 Retração térmica linear de secagem

O ensaio consiste em realizar medições na peça verde (10 corpos-de-prva), recém extrudada, e posteriormente, assim que estiver seca, fazer nova medição. Os resultados devem ser calculados utilizando a equação 8. Esse ensaio foi realizado nessa etapa para comparar os resultados com a bibliografia, a fim de se classificar as argilas estudadas.

$$RTL_S = \frac{L_i - L_f}{L_i} \times 100 \quad (\text{equação 8})$$

Onde:

RTL_S = Retração térmica linear de secagem (%)

L_i = comprimento das peças cruas recém extrudadas (mm)

L_f = comprimento das peças cruas pós-secagem (mm)

5.1.6.2 Resistência mecânica a seco

O teste de resistência mecânica a seco foi realizada nas peças secas (10 corpos-de-prova) durante essa etapa, para investigar o comportamento mecânica das argilas. O método de ensaio utilizado foi de aplicação de força de compressão em máquina universal de ensaios (EMIC DL 20000) a uma taxa de aplicação de força de 50 N/s e os resultados foram comparados entre si. Esse teste foi realizado no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (Labcer).

5.1.6.3 Curva de *Bigot*

A curva de *Bigot* foi realizada para avaliar o comportamento das argilas durante a secagem. Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos Cocal (LaMaCC), em uma estufa (DeLeo, nº 2211), a uma temperatura $65 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ }^{\circ}\text{C}$, e medições num intervalo de 50 min (ficando entre 450 e 600 min de ciclo), em 5 corpos-de-prova.

Com os resultados do *Bigot*, tem-se conhecimento do ponto crítico de cada uma das argilas.

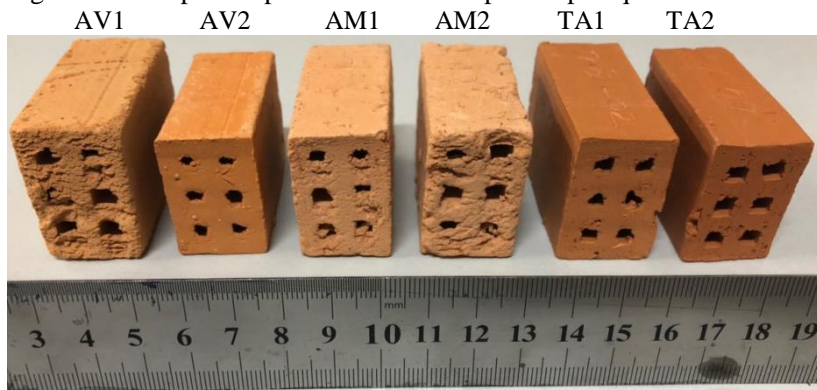
5.1.7 Queima

Por fim, as amostras foram queimadas em forno muflado (JUNG, J200) a $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$, com taxa de aquecimento de $1,5 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e tempo de

queima de 120 min, no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER).

A Figura 35 ilustra os corpos-de-prova após o processo de queima.

Figura 35 - Corpos-de-prova das matérias-primas pós-queima.



Fonte: Autor (2018)

5.1.8 Caracterização pós-queima

5.1.8.1 Retração térmica linear de queima

Assim como na secagem, durante a queima as peças cerâmicas tendem a contrair, devido à saída de gases de decomposição e densificação do material, fenômenos que poderão ser explicados pela análise térmica. O ensaio consiste em realizar medições na peça crua e seca, e posteriormente fazer nova medição após a queima (10 corpos-de-prova). Os resultados foram calculados utilizando a equação 09, e usados para auxiliar na escolha das argilas, que assim foram utilizadas na etapa seguinte.

$$RTL_Q = \frac{L_s - L_q}{L_s} \times 100 \quad (\text{equação 09})$$

Onde:

RTL_Q = Retração térmica linear de queima (%)

L_s = comprimento das peças cruas pós-secagem (mm)

L_q = comprimento das peças pós-queima (mm)

5.1.8.2 Absorção de Água

O ensaio consiste em pesar as amostras queimadas secas, e posteriormente submetê-las em banho de imersão, podendo ser realizada de duas maneiras: (i) banho de água fria por 24 h, ou (ii) banho em água por ebulição por 2 h. Após esse período imerso, retira-se o excesso de umidade com auxílio de um pano umedecido e calcula-se o percentual de absorção de água pela equação 10. O ensaio foi efetuado para, após comparação com a literatura, auxiliar na escolha das argilas para as formulações, em 6 peças, conforme norma técnica (ABNT, 2017b).

$$AA = \frac{m_u - m_s}{m_s} \times 100 \quad (\text{equação 10})$$

Onde:

AA = Absorção de água (%)

m_u = massa das peças pós-queima úmidas (g)

m_s = massa das peças pós-queima (g)

5.1.8.3 Resistência mecânica à compressão

O ensaio de resistência mecânica à compressão das peças queimadas também foi realizado na primeira etapa, com intuito de auxiliar na escolha das argilas que foram aplicadas na etapa seguinte. O método usado para o ensaio das peças queimadas atende a norma técnica ABNT NBR 15270-2 (ABNT, 2017b), sendo avaliadas 13 peças.

O ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios (EMIC DL 20000) a uma taxa de aplicação de força de 100 N/s no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (Labcer).

5.2 ETAPA 2

Para a Etapa 2 do estudo, já selecionadas as argilas mais adequadas ao estudo, foram desenvolvidas 10 formulações pelo método de delineamento de misturas, e estas foram ensaiadas segundo as técnicas de caracterização descritas na sequência.

A proposição dessa etapa foi avaliar o processo de secagem forçada de ciclo rápido, analisar os corpos-de-prova secos.

5.2.1 Matérias-primas

Uma vez investigadas na primeira etapa, três argilas foram escolhidas, sendo uma plástica, que tem a função de modelador no processo fabril, uma arenosa, que possui plasticidade moderada, mas com percentuais apreciáveis de sílica livre que auxiliam na secagem, e por fim, um material não-plástico, que diminui o teor de plasticidade da formulação, minimizando a necessidade de água para conformação.

5.2.2 Formulação

As formulações foram realizadas por base seca, para posterior umidificação. A preparação das formulações foi feita no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER).

5.2.3 Caracterização

5.2.3.1 Resíduo bruto

Ensaio realizado conforme item 5.1.3.2 Resíduo bruto.

Nessa etapa, foi apenas realizada a investigação do percentual de resíduo bruto contido em cada uma das formulações.

5.2.3.2 Distribuição do tamanho de partículas

Ensaio realizado conforme item 5.1.3.4 Distribuição de tamanhos de partículas.

5.2.3.3 Umidade ideal

Conhecendo-se o comportamento de cada uma das argilas de acordo com o teste de plasticidade segundo o método de *Pfefferkorn*, os valores de umidade individuais foram utilizados para determinação da média ponderada, equação 11, para se obter o percentual ideal de umidade em cada uma das formulações desenvolvidas com os diferentes percentuais das argilas.

É importante destacar, que quando se trata de avaliar a adaptação de uma massa plástica a determinado processo de conformação, o termo trabalhabilidade é usado frequentemente como sinônimo de plasticidade (RIBEIRO, FERREIRA & LABRINCHA, 2003).

$$U_{ideal} = \frac{(m_p \times U_p) + (m_a \times U_a) + (m_d \times U_d)}{m_t} \quad (\text{equação 11})$$

Onde:

U_{ideal} = Umidade ideal (%)

m_t = massa seca total (g)

m_p = massa da argila plástica (g)

m_a = massa da argila arenosa (g)

m_d = massa do material não-plástico (g)

U_p = umidade ideal para a argila plástica (%)

U_a = umidade ideal para a argila arenosa (%)

U_d = umidade ideal para o material não-plástico (%)

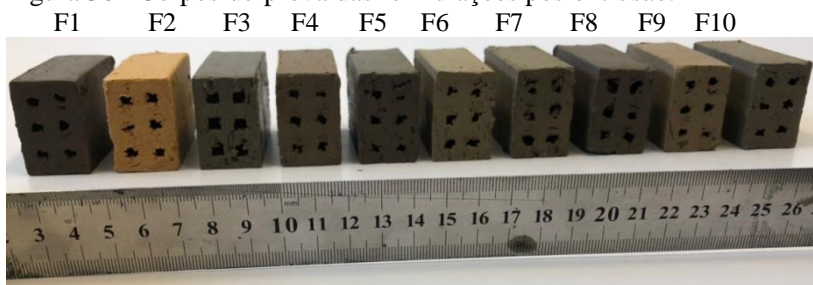
5.2.4 Preparação das amostras

5.2.5 Conformação

As formulações foram extrudadas conforme item 5.1.5 Conformação.

A Figura 36 ilustra os corpos-de-prova das formulações desenvolvidas nessa etapa.

Figura 36 - Corpos-de-prova das formulações pós-extrusão.



Fonte: Autor (2018)

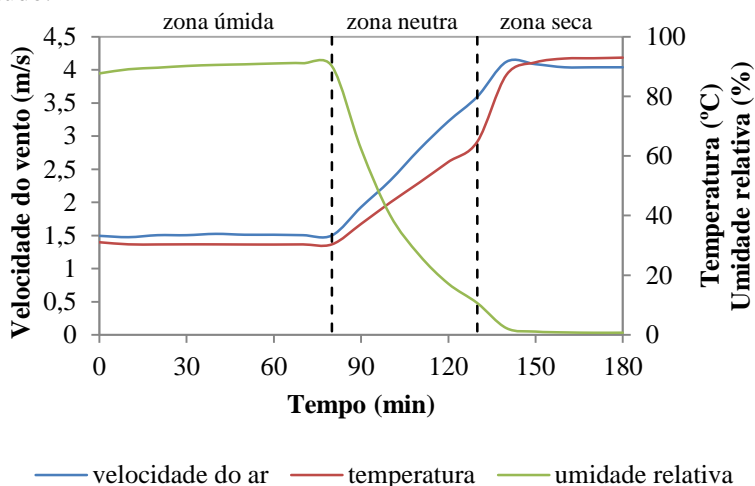
5.2.6 Secagem

Uma vez conformadas, as amostras foram processadas em equipamento de secagem em túnel de vento (experimento de secagem) (Eco Educacional) no Laboratório de Operações Unitárias da UNESC.

O equipamento de secagem tem acoplada uma balança (Marte AD2000), sendo utilizados 2 (dois) corpos-de-prova para cada ensaio,

cuja perda de massa era associada ao valor de umidade (U). Outros 3 (três) corpos-de-prova foram utilizados fora da balança, e nestes foi medida a retração de secagem (RTL_S) para a condição proposta na Figura 37. Outros corpos-de-prova foram posicionados no túnel de secagem, para se ter amostras necessárias aos ensaios subsequentes. O ensaio foi realizado em triplicata, somando um total de 23 corpos-de-prova ao final do ensaio.

Figura 37 - Gráfico com o ciclo proposto de secagem utilizado neste estudo.

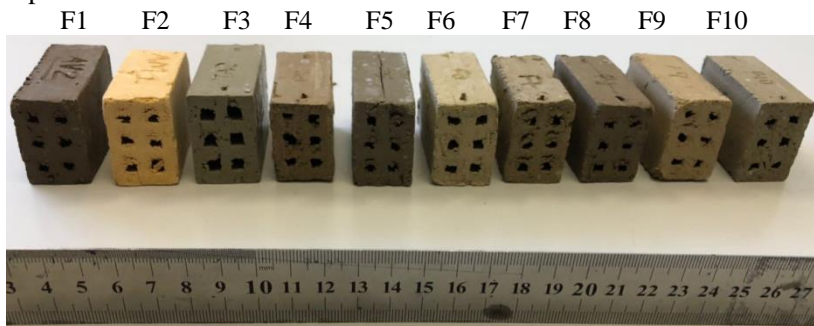


Fonte: Autor (2018)

O ciclo de secagem utilizado no estudo foi baseado em secadores industriais, iniciando com a zona úmida (~40 % do tempo) com umidade média do ar de 90 % e velocidade e temperatura inicial constantes de aproximadamente 1,5 m/s e 30 °C, respectivamente. A zona neutra (~30 % do tempo) concentra o período de transição da zona úmida para a zona seca, onde a umidade média passa dos 90% para menos de 2 %. A velocidade do vento e a temperatura também aumentam gradativamente, alcançando 4 m/s e aproximadamente 90 °C, valores que se tornam constantes na zona seca (~30 % do tempo).

A Figura 38 ilustra os corpos-de-prova após secagem rápida.

Figura 38 - Corpos-de-prova das formulações pós-secagem com ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

5.2.6.1 Curva de *Bigot*

A curva de *Bigot* foi obtida com o intuito de avaliar a perda de massa versus a retração de secagem durante o processo de secagem de ciclo rápido.

O ensaio foi realizado durante o teste de secagem de ciclo rápido, com medidas de massa (g) e medida (mm) a cada 10 min., durante os 180 min de realização do ensaio.

5.2.6.1.1 Perda de umidade

Conforme já explanado anteriormente, foi realizada a medição de massa dos corpos-de-prova periodicamente, o que resultou na perda de massa em função do tempo de secagem.

É de fundamental importância analisar a perda de umidade, uma vez que ter o controle do escoamento de água durante o processo de secagem, pode auxiliar na minimização de problemas referentes a perdas do material cerâmico.

O ensaio consiste em fazer relação da massa inicial, com as das leituras durante o ensaio, conforme equação 12.

$$U = \frac{(m_i - m_n)}{m_u} \times 100 \quad (\text{equação 12})$$

Onde:

U = Umidade (%)

m_i = massa inicial (g)

m_n = massa durante processo de secagem (g)

5.2.6.1.2 Retração térmica linear de secagem

Assim como a avaliação de perda de massa, foi realizado a investigação da retração térmica linear durante a secagem rápida, resultando nos valores de encolhimento médio em função do tempo.

Ensaio realizado conforme item 5.1.6.2 Retração térmica linear de secagem.

5.2.6.2 Densidade aparente e relativa

A avaliação da densidade das peças cruas e secas é utilizada para observar o nível de envelopamento das matérias-primas. Foram investigados 10 corpos-de-prova nesse ensaio.

O ensaio de densidade foi baseado no princípio de Arquimedes, descrito como sendo o volume de um líquido (em estado de equilíbrio) deslocado em virtude da imersão, total ou parcial de um corpo, que corresponde ao próprio volume do corpo. As forças atuantes sobre o corpo são chamadas de empuxo.

Pela imersão dos corpos-de-prova (impermeabilizados com parafina) em água obtém-se o valor correspondente ao volume do corpo. O ensaio foi realizado no Laboratório Técnico de Cerâmica Vermelha (LABCER), segundo norma ABNT NBR 15270-2 (ABNT, 2017b). A equação 13 é usada para determinar a densidade aparente das amostras.

$$\rho_{ap} = \frac{m}{(m_s - m_i)} \quad (\text{equação 13})$$

Onde:

ρ_{ap} = densidade aparente (g/cm³)

m = massa inicial (g)

$m_s - m_i = V$ = correspondente à diferença entre a massa impermeabilizada (m_s) e a massa imersa (m_i) no líquido, compatível com o volume do corpo em imersão (cm³)

Para determinar o valor da densidade relativa do material é necessário utilizar os resultados da densidade aparente e densidade real. A densidade real foi obtida pelo ensaio de picnometria de gás hélio (Quantachrome, Ultrapyc 1200e), no Laboratório de Cerâmica Técnica (CERTEC). A equação 14 é usada para determinação da densidade relativa a partir do resultado da densidade aparente.

$$\delta_{rel} = \frac{\rho_{ap}}{\rho_r} \quad (\text{equação 14})$$

Onde:

δ_{rel} = densidade relativa

ρ_{ap} = densidade aparente (g/cm³)

ρ_r = densidade real (g/cm³)

5.2.6.3 Porosidade aparente

A porosidade aparente dos corpos-de-prova é definida como o percentual volumétrico de porosidade aberta existente na amostra. O cálculo para determinar a porosidade aparente é realizado utilizando-se a equação 15. O ensaio foi realizado em 10 corpos-de-prova.

$$P_a = \frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \times 100 \quad (\text{equação 15})$$

Onde:

P_a = Porosidade aparente (%)

m_u = massa úmida (g)

m_s = massa seca (g)

m_i = massa imersa (g)

5.2.6.4 Resistência mecânica a seco

A resistência mecânica a seco foi realizada nos corpos-de-prova pós-secagem rápida, com intuito de avaliar as formulações sob as condições de secagem forçada de ciclo rápido. A caráter comparativo, foi realizado o mesmo teste em corpos-de-prova das formulações, sob uma condição de secagem lenta, onde 10 corpos-de-prova foram secos em estufa, durante 48 h à 50 °C, sendo uma forma, mesmo que forçada, que evita potenciais perdas de processo. O ensaio foi realizado conforme item 5.1.6.3 Resistência mecânica a seco.

5.2.6.5 Análise estatística

A análise estatística foi realizada utilizando-se o aplicativo Statistica a fim de se obter uma melhor interpretação dos valores obtidos no processo de secagem, para a perda de processo, resíduo bruto, perda de umidade e retração térmica linear de secagem, na zona seca.

6 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Nesse capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios descritos anteriormente.

6.1 ETAPA 1

Os ensaios da Etapa 1 são relativos às argilas que foram escolhidas para este estudo, e a partir delas, foram desenvolvidas as formulações para realização da Etapa 2.

6.1.1 Análise das matérias-primas

6.1.1.1 Umidade *in natura*

A umidade *in natura* consiste no percentual de água que acompanha a argila bruta após a extração. Esse ensaio serve para prever o quanto de energia deverá ser utilizada para essa argila atingir seu percentual ideal de umidade, antes de entrar no processo produtivo.

A tabela 4 apresenta a umidade das argilas estudadas.

Tabela 4 – Percentual de umidade *in natura* das matérias-primas estudadas

Matéria-prima	Umidade <i>in natura</i> (%)
AV1	17,3
AV2	26,7
AM1	15,2
AM2	20,8
TA1	9,6
TA2	10,5

Fonte: Autor (2017)

É possível observar que AV2, por ser oriunda de uma cava alagada, tende a ter um maior percentual de umidade. AV1, AM1 e AM2 apresentaram gradientes comuns de umidade, geralmente encontrados nos materiais argilosos.

TA1 e TA2, como foram pré-processadas por moagem a seco, foram, num primeiro momento, desidratadas, para não influenciarem no beneficiamento. Os teores de 9,63 e 10,50 podem ser oriundos da absorção da umidade relativa do ar durante o período de descanso.

6.1.1.2 Resíduo Bruto

Resíduo bruto é a porção de material que não pode ser desagregado sem o auxílio de alguma ferramenta ou método de cominuição. De acordo com o Oliveira (2011), o resíduo contido na argila (material não argiloso – areia) é tão importante quanto a distribuição de tamanhos de partículas e o tamanho de grão argiloso, pois determina a qualidade do produto, dimensões, resistência mecânica, absorção de água, velocidade de extrusão, velocidade de secagem, velocidade de queima, regulação de boquilha, desgastes internos, amperagem, sonoridade, etc.

As impurezas comumente encontradas nas argilas, tais como a sílica (quartzo livre), auxiliam na diminuição da retração, pois por não interagirem com a umidade, reduzem a quantidade de água necessária para conformação e assim tendem a retrair menos. A literatura mostra que o uso de materiais não plásticos auxilia a diminuição da retração de secagem (CROZETTA *et al.*, 2016; QUEIROZ, MONTEIRO & VIEIRA, 2010; ZOUAOU & BOUAZIZ, 2017).

A tabela 5 apresenta o percentual de resíduo bruto contido nas matérias-primas estudadas.

Tabela 5 – Percentual de resíduo bruto presente das matérias-primas estudadas

Matéria-prima	Resíduo bruto (%)
AV1	57,1
AV2	8,3
AM1	18,3
AM2	29,8
TA1	18,9
TA2	28,2

Fonte: Autor (2017)

É possível observar que AV1 possui 57 % de resíduo bruto, o que facilita o processo de secagem, porém, os resíduos tendem a diminuir a resistência mecânica das peças. AV2, com características mais plásticas, apresentou um baixo percentual de resíduo bruto, 8 %.

As argilas AM1 e AM2 apresentaram valores intermediários, mas comuns entre as argilas arenosas. Muito embora as matérias-primas TA1 e TA2 terem apresentado valores muito semelhantes às argilas AM1 e AM2, é preciso ressaltar que esses minerais passaram pelo processo de cominuição por moagem. Por serem argilitos com maior dureza, os

métodos tradicionais de preparação de cerâmica vermelha não são adequados para fragmentar estes materiais.

A tabela 6 apresenta esse material retido para comparação com a literatura.

Tabela 6 – Percentual de resíduo bruto retido por peneiramento para as matérias-primas estudadas

Peneira		Retido (%)					
MESH	µm	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
100	149	57,3	20,4	3,2	6,4	81,9	82
150	105	23,1	18	0,2	3,1	2	4,8
200	74	9,8	20	2,6	12	5,3	5,1
325	44	9,8	41,6	94	78,5	10,8	8,1

Fonte: Autor (2017)

Oliveira (2011) afirma que uma distribuição ideal do resíduo bruto passa por essas peneiras, auxiliando no processo de extrusão e secagem. É possível observar que as argilas AM1 e AM2 possuem resíduos majoritariamente passantes em malha 200 mesh, caracterizando um material mais fino, já os argilitos (TA1 e TA2) apresentam um resíduo bruto de ordem mais grosseira, tendo predominantemente > 80 % de material retido em malha 100 mesh. A argila AV1 teve mais de 50 % de resíduo retido em malha 100 mesh, e uma distribuição mais uniforme nas peneiras seguintes, e por fim AV2, teve uma maior homogeneidade no material retido, ficando próximo de 20 % nas primeiras peneiras, e passando para 40,63 % na malha 325.

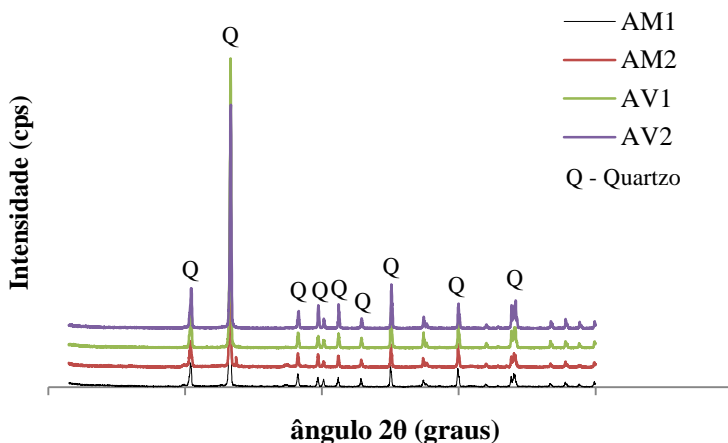
A Figura 39 apresenta os valores mineralógicos encontrados pelo ensaio de difratometria de raios X.

O ensaio mineralógico do resíduo bruto se restringiu a ser realizado apenas com as argilas, com intuito de se investigar os minerais retidos após o peneiramento na malha 325 mesh (44 µm), uma vez que esses não passam por processo de cominuição, como os argilitos.

É possível observar que todas as argilas tiveram a presença efetiva de quartzo- α (SiO₂ cartão JCPDS nº 46-1045) em sua constituição mineralógica, onde conclui-se que o resíduo bruto dessas argilas, é constituído por “sílica livre”.

A sílica livre não propõe interação com água, ou seja, sua presença em percentuais adequados, tendem a auxiliar o escoamento da umidade, fazendo com que a água flua mais facilmente do interior à superfície da peça cerâmica.

Figura 39 - Ensaio mineralógico do resíduo bruto.



Fonte: Autor (2018)

6.1.1.3 FRX/ DRX

A caracterização químico-mineralógica de argilas e a determinação das propriedades que seus componentes atribuem às massas cerâmicas permitem estudar as alterações que devem ser feitas nas massas cerâmicas para melhorar as propriedades de corpos cerâmicos e do produto final. Um dos caminhos que pode ser seguido para o melhor conhecimento das propriedades da matéria-prima é o emprego de duas técnicas, concomitantemente: análise química e análise mineralógica (VARELA, *et al.*, 2005).

Dentre as técnicas analíticas instrumentais utilizadas para investigação das propriedades químicas de um material, a espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) ocupa um lugar de destaque, principalmente para aquelas áreas em que a obtenção de rápido perfil de constituintes metálicos e não metálicos é indispensável (NAGATA, BUENO & PERALTA-ZAMORA, 2001). Nessa técnica, o tratamento de dados é usualmente feito através de curvas de calibração univariadas, onde se integram determinadas linhas espectrais correspondentes às concentrações dos elementos de interesse (SCHIMIDT, BUENO e POPPI, 2002).

Os óxidos encontrados nas matérias-primas estudadas são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Composição química das argilas, obtidos por Fluorescência de raios X

Óxidos	Matérias-primas (%)					
	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
SiO ₂	81,4	62,4	68,1	72,9	57	57,8
Al ₂ O ₃	9,5	18,4	16,4	15,2	19,6	18,9
Fe ₂ O ₃	1,8	5,5	5,8	3,4	9,2	8,7
CaO	0,07	0,23	0,2	0,14	0,35	0,43
K ₂ O	0,61	0,54	2,3	1,9	3,7	4,1
MgO	0,41	0,55	0,72	0,5	1,9	2,2
Na ₂ O	0,22	0,15	0,11	2,3	0,41	0,47
TiO ₂	0,61	1,4	0,66	0,69	0,93	0,87
P.F.	5,3	11,2	5,7	4,8	6,9	6,4

P.F.: Perda ao fogo

Fonte: Autor (2017)

É possível observar que as matérias-primas são constituídas majoritariamente por SiO₂ (Sílica), que vem a ser de grande importância para o processo de secagem quando a sílica é livre. AV1 possui um percentual bastante elevado chegando 81,4 %, refletindo o alto teor de resíduo bruto encontrado nesse material. Em contrapartida, as argilas AV2, AM1 e AM2 apresentaram valores desse mesmo óxido de 62,4, 68,1 e 72,9 %, respectivamente, intervalo esse que é basicamente comum nas matérias-primas usadas para fabricação de cerâmica vermelha (TZOSUÉ *et al.*, 2017; ZACCARON *et al.*, 2014, NANDI *et al.*, 2014).

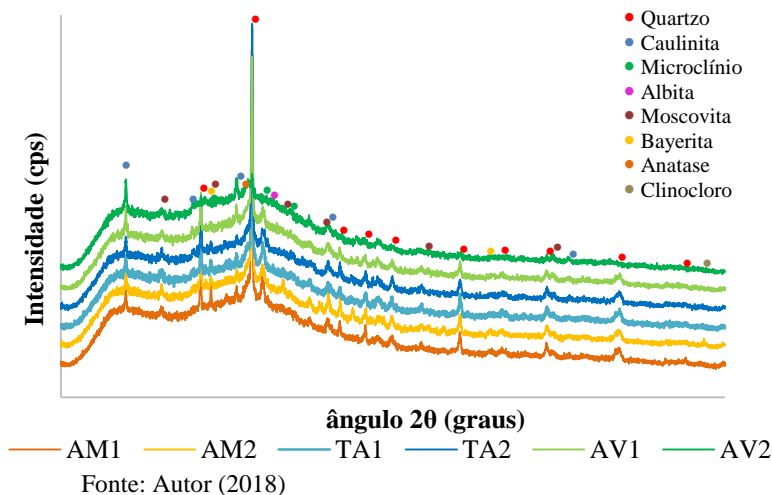
Os argilitos (TA1 e TA2) possuem valores de SiO₂ inferiores aos das argilas, ficando ambos similares, próximos a 57 %. Tal percentual foi observado muito próximo na literatura (MESENGER *et al.*, 2010). Como colocado anteriormente, os argilitos necessitam de um processo de destorroamento mecânico, e geralmente por moagem, e devido a isso, terão influência direta no processo de secagem devido sua granulometria.

A perda ao fogo (P.F) pode ser atribuída às reações de desidroxilação dos silicatos, combustão da matéria orgânica e a decomposição dos carbonatos (ELICHE-QUESADA *et al.*, 2018). É possível observar certa padronização na perda ao fogo das argilas AV1, AM1 e AM2, que apresentaram percentuais de 5,3, 5,7 e 4,8 respectivamente; os argilitos, também mostraram alguma similaridade, atingindo valores de 6,9 % para TA1 e 6,4 % para TA2. Em contrapartida, AV2 foi responsável por um percentual mais elevado de perda ao fogo, fato que pode ser atrelado a altos percentuais de matéria orgânica, muito comum em argilas de cavas alagadas com altos teores de plasticidade. Um

alto percentual de perda ao fogo pode estar vinculado a indícios de porosidade.

Os óxidos dos elementos químicos, geralmente apontados no ensaio de FRX, em sua forma mais estável, estão presentes nas fases cristalinas, que necessitam de uma caracterização subsequente. Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios X (DRX) é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos. Isto é possível porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Dentre as vantagens da técnica de difração de raios X para a caracterização de fases, destacam-se a simplicidade e rapidez do método, a confiabilidade dos resultados obtidos (pois o perfil de difração obtido é característico para cada fase cristalina), a possibilidade de análise de materiais compostos por uma mistura de fases e uma análise quantitativa destas fases (ALBERS *et al.*, 2002). A Figura 40 apresenta a difração das argilas.

Figura 40 - Caracterização mineralógica das matérias-primas estudadas.



As matérias-primas estudadas apresentaram em sua mineralogia a presença de quartzo (SiO_2 cartão JCPDS 46-1045) e caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ cartões JCPDS 14-164 e 29-1488). Também foi observado a presença de microclínio (KAlSi_3O_8 cartão JCPDS 22-675) e

moscovita ($\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ cartão JCPDS 03-0849) em graus intermediários, e albita ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ cartão JCPDS 0801-0739), bayerita ($\text{Al}(\text{OH})_3$ cartão JCPDS 77-0250) e anatase (TiO_2 cartão JCPDS 21-1272) em menor intensidade. Os óxidos presentes no ensaio de FRX (Tabela 7) justificam os minerais encontrados.

O grau de cristalinidade das amostras foi de 66,8 % para AM1, 78,2 % para AM2, 68,4 % para TA1, 74,3 % para TA2, 85,3 % para AV1 e AV2.

6.1.1.4 Distribuição do tamanho de partículas

A distribuição do tamanho de grãos de uma determinada matéria-prima, pode ser benéfica para auxiliar no conhecimento de uma determinada argila.

As argilas geralmente possuem faixa de tamanhos de partículas em que dominam partículas de diâmetro esférico equivalente a esferas de 2 μm (GOMES, 1986), mas uma análise mais detalhada da distribuição de tamanhos de partículas das matérias-primas pode estimar algumas propriedades do produto cerâmico final, como por exemplo, partículas mais finas podem ajudar no empacotamento (aumentando a densidade da peça), auxiliando na resistência mecânica do material cerâmico, muito embora se tratando de argilominerais, podem influenciar negativamente no escoamento da umidade do interior da peça para a superfície. Nesse caso, prevalece a importância dos grãos maiores, > 2 μm , onde se enquadram os siltes, sílicas livres (no caso das argilas arenosas) e outros minerais/materiais (no caso dos materiais não-plásticos).

Portanto pode-se afirmar, que uma argila para fabricação de cerâmica vermelha, dificilmente é composta majoritariamente por grãos menores a 2 μm , e sim, por um composto de material de faixa de grãos inferiores a 2 μm , ou seja argila, e superiores a 2 μm , que são os siltes e a areia.

Com relação aos argilitos, que necessitam de um processo de cominuição, essa distribuição de tamanho de partículas, estará muito atrelada ao processo de moagem, não sendo correto dizer que o tamanho dos grãos se enquadram em argila, silte ou areia.

A Figura 41 mostra a distribuição cumulativa de tamanho de partículas das argilas estudadas. Já a Figura 42 mostra a curva por distribuição de tamanhos.

Figura 41 - Distribuições cumulativas de tamanho de partículas das matérias-primas em estudo.

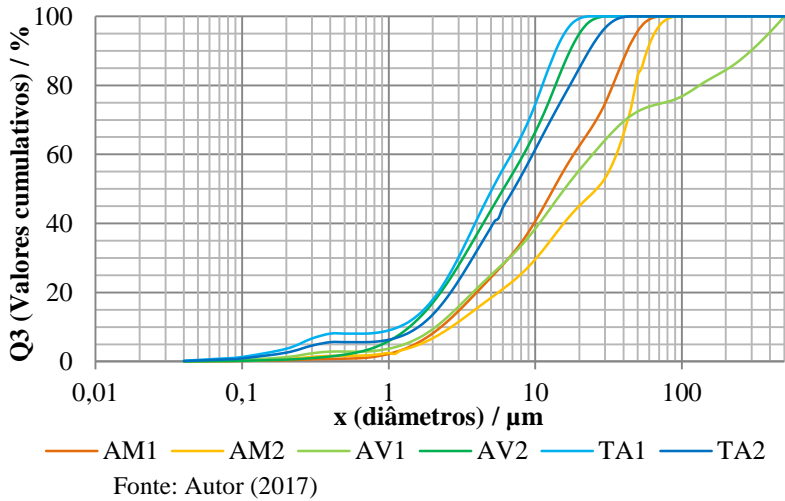
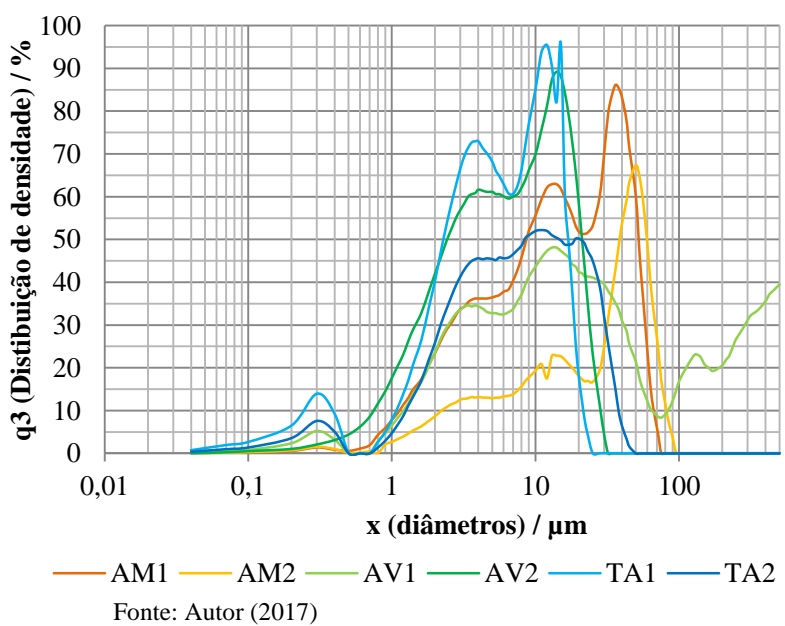


Figura 42 - Distribuição de densidade de tamanho de partículas das matérias-primas em estudo.



É possível observar que as amostras apresentaram uma distribuição bimodal. O comportamento bimodal de partículas não esféricas, em relação à densidade de empacotamento, é o mesmo que o de partículas esféricas, mas com valores inferiores de densidade (CONCEIÇÃO, 2011).

A Tabela 8 contém os resultados de distribuição de tamanho de partículas das matérias-primas nas frações acumuladas de 10 %, 50 % e 90 %, assim como o diâmetro médio de partículas (D_m).

Tabela 8 - Distribuição do tamanho, e diâmetro médio de partículas das matérias-primas

M.P	10 % (μm)	50 % (μm)	90 % (μm)	D_m (μm)	<2 μm	2-20 μm	> 20 μm
					%		
AV1	2,08	15,83	295,50	76,46	9,44	46,04	44,52
AV2	1,38	6,06	17,24	7,94	17,05	77,99	4,96
AM1	2,27	13,29	42,31	18,49	8,21	54,34	37,45
AM2	2,67	26,12	57,84	28,30	6,76	38,38	54,86
TA1	1,17	5,08	13,76	6,51	17,96	81,42	0,62
TA2	1,59	7,13	23,25	9,97	13,64	71,43	14,93

Fonte: Autor (2017)

Observa-se que a matéria-prima TA1 apresenta menor diâmetro médio de partícula, consequentemente, distribuição de tamanho de partícula mais fina em relação às demais, evidenciado pelas percentagens retidas nas diferentes frações de tamanhos, seguida das amostras AV2 e TA2, porém, vale ressaltar que TA1 e TA2 passaram por processo de beneficiamento por moagem. A matéria-prima AV1 apresenta tamanhos maiores, com diâmetro médio de partícula maior que 70 μm e partículas com tamanho superior a 200 μm . As amostras AM1 e AM2 formam junto com AV1 o grupo com mais de 40 % das partículas com tamanho superior a 20 μm e diâmetro médio de partículas de 18,41 μm e 28,30 respectivamente.

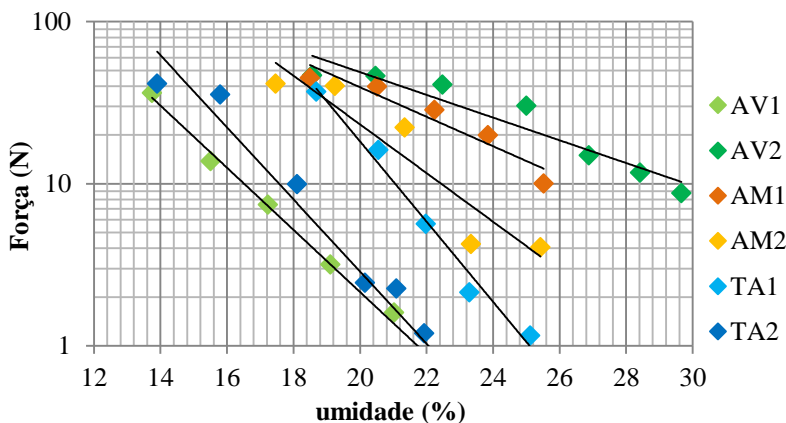
6.1.1.5 Plasticidade

A plasticidade é uma das propriedades reológicas mais importantes das matérias-primas para a cerâmica tradicional, porque mostra a possibilidade de formar corpos de argila por aplicação de pressão e as propriedades mecânicas do produto (BORMANS, 2003; MESEGUER, *et al.*, 2010). A composição mineralógica das argilas e a distribuição do

tamanho das partículas influenciam diretamente nessa propriedade. A plasticidade das argilas está relacionada à morfologia das partículas minerais de argila tipo placa que deslizam sobre as demais quando a água é adicionada, o que atua como um lubrificante. À medida que o teor de água da argila aumenta, a plasticidade aumenta até um máximo, dependendo da natureza da argila (ARSENOVIĆ, 2013).

O método de indentação (Figura 43) mostra o quanto uma argila é plástica e o método de *Pfefferkorn* (Figura 44), pela deformação da matéria-prima, mostra o teor de umidade ideal para a trabalhabilidade de determinada argila. A Tabela 8 apresenta o percentual ideal de umidade para aplicação nas matérias-primas, junto ao percentual de umidade real após o processo de conformação.

Figura 43 - Resistência à deformação das matérias-primas estudadas pela técnica de indentação.

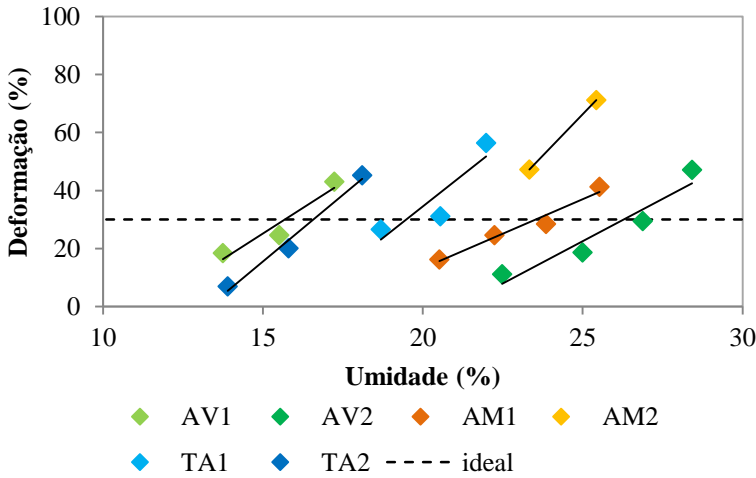


Fonte: Autor (2017)

Argilas com maior percentual de plasticidade tendem a apresentar uma resistência à deformação equivalente em função do percentual de umidade aplicado. Isso se dá pelo fato de que as argilas plásticas necessitam de elevados gradientes de umidade para se tornarem moldáveis, devido à interação dos argilominerais com água. Já as argilas menos plásticas tendem a apresentar uma maior variação na resistência à deformação, uma vez que na sua grande maioria, são compostas por quantidades apreciáveis de quartzo livre, que não possui interação com água, e não se tornam moldáveis, sendo necessária pouca umidade. Para estas, a variação, mesmo que pequena, de umidade aplicada na massa

resulta numa variação bastante expressiva na força para indentação/deformação.

Figura 44 - Índice de plasticidade de *Pfefferkorn*.



Fonte: Autor (2017)

Tabela 9 - Umidade ideal das matérias-primas estudadas, encontradas pelo método de *Pfefferkorn*, e a umidade de conformação.

Matéria-Prima	Umidade (%)	
	Ideal (<i>Pfefferkorn</i>)	Conformação
AV1	15,7	15,2
AV2	26,3	27,0
AM1	23,5	23,8
AM2	21,8	22,1
TA1	19,5	19,8
TA2	16,6	16,1

Fonte: Autor (2017)

O gráfico da Figura 44 mostra boa correlação com o teste de indentação. A deformação de 30 % representa o índice de umidade que foi utilizado para conformação das peças. As argilas que apresentaram uma mesma deformação (menor inclinação) foram as que necessitaram de maiores gradientes de umidade para conformação, como 26,3 % para AV2, 23,5 % para AM1 e 21,8 % para AM2. Essas argilas citadas

possuem índice de plasticidade superior às demais, que atingiram teores abaixo de 19,5 %.

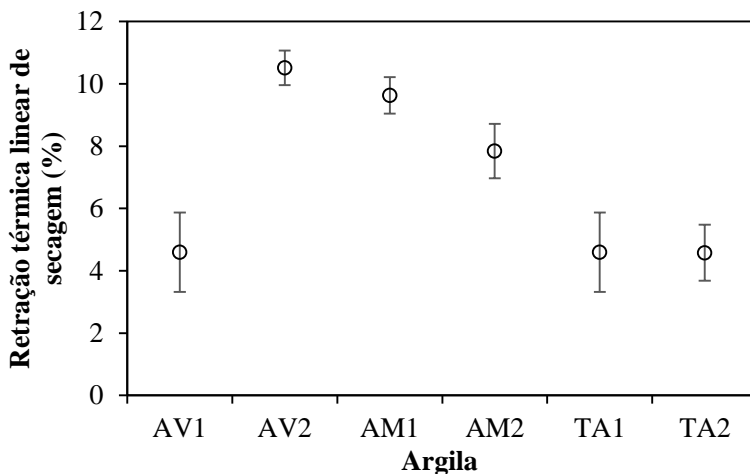
6.1.1.6 Retração térmica linear de secagem

Como observado anteriormente, durante o processo térmico de secagem, a perda na umidade de conformação pela expulsão da água dos capilares faz com que a peça cerâmica sofra uma alteração na sua dimensão, devido à retração dos argilominerais, ocasionada pela sua desidratação.

A contração em demasia das peças cerâmicas pode ocasionar problemas referentes a dimensionamento do produto acabado, por isso, é de grande importância realizar o controle nessa etapa.

A retração térmica linear de secagem nessa primeira etapa foi conduzida a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 24 h com intuito de comparar a literatura (OLIVEIRA, 2011). Os resultados para esse ensaio estão ilustrados no gráfico na Figura 45.

Figura 45 - Retração térmica linear de secagem a $110\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Fonte: Autor (2018)

É possível observar que as matérias-primas AV2, AM1 e AM2 tiveram retração superior a 7 %, a AV2 chegou a 10,5 %, seguida da AM1, com 9,6 % e AM2 com 7,8 %. Esses percentuais, segundo Oliveira (2011) apontam argilas com teores de plasticidade bastante satisfatórios. As

demais matérias-primas apresentaram valores próximos a 4,5 %. Isso, segundo Oliveira (2011) é referente a matérias-primas com baixo percentual de plasticidade, em caso de não-plásticos ou argilas com teores elevados de sílica livre. Em teoria, argilas que possuem um baixo percentual de retração linear de secagem são menos sensíveis a processos térmicos de secagem.

A Tabela 10 apresenta os valores do teste de Tukey para a retração térmica linear de secagem.

Tabela 10 - Teste de Tukey para o ensaio de retração térmica linear de secagem.

Argila	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
AV1		0,000139	0,000139	0,000139	0,556877	1,000000
AV2	0,000139		0,178048	0,000139	0,000139	0,000139
AM1	0,000139	0,178048		0,000401	0,000139	0,000139
AM2	0,000139	0,000139	0,000401		0,000139	0,000139
TA1	0,556877	0,000139	0,000139	0,000139		0,522342
TA2	1,000000	0,000139	0,000139	0,000139	0,522342	

Fonte: Autor (2018)

Com base nos valores avaliados pelo teste de Tukey, foram obtidas as médias quadráticas de 0,69 e variância (graus de liberdade) de 53 e avaliando a tabela com os resultados de significância, observa-se que AV1 possui determinada similaridade com TA1 e TA2, e a argila AV2 com AM1.

6.1.1.7 Resistência mecânica à compressão a seco

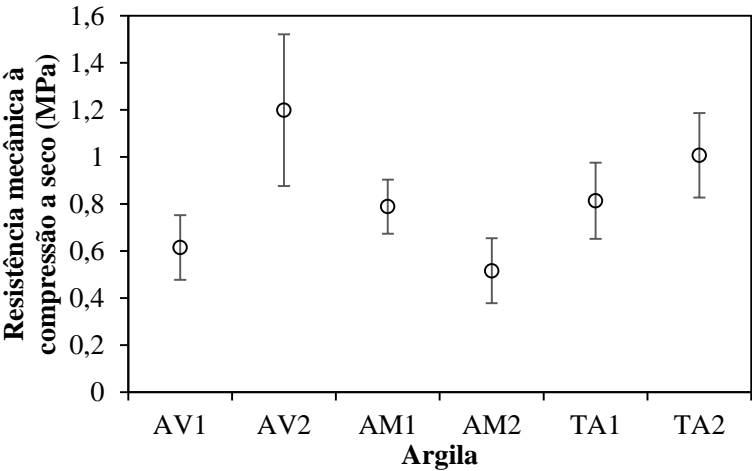
A peça cerâmica crua deve apresentar uma resistência suficiente para evitar fratura ou fissuração durante o manuseio e secagem (YANG *et al.* 2003).

A Figura 46 ilustra o gráfico com a resistência mecânica à compressão a seco das argilas estudadas, e como o ensaio não é normatizado, os resultados serão comparados entre si, onde, é possível observar que AV2 apresentou maior resistência mecânica, 1,2 MPa, seguido de TA2 com 1 MPa. AM1 e TA1 apresentaram uma resistência de 0,8 MPa. AV1 e AM2 apresentaram resistência de 0,6 MPa e 0,5 MPa respectivamente. A Tabela 11 apresenta os valores do teste de Tukey para a resistência mecânica à compressão a seco.

Já para o teste de Tukey, obteve-se as médias quadráticas de 0,04 e variância (graus de liberdade) de 54 e avaliando a tabela com os resultados de significância, observa-se que AV1 possui determinada

similaridade com AM1, AM2 e TA1, já AV2 encontra-se semelhante a TA2. A argila AM1 também apresentou resultados correspondentes a TA1 e TA2. Os argilitos TA1 e TA2 também apresentaram equivalência.

Figura 46 - Resistência mecânica à compressão a seco após secagem em 110 °C.



Fonte: Autor (2018)

Tabela 11 - Teste de Tukey para o ensaio de resistência mecânica à compressão a seco.

Argila	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
AV1		0,000138	0,323154	0,847918	0,190210	0,000440
AV2	0,000138		0,000272	0,000138	0,000537	0,222751
AM1	0,323154	0,000272		0,024327	0,999705	0,119597
AM2	0,847918	0,000138	0,024327		0,010688	0,000141
TA1	0,190210	0,000537	0,999705	0,010688		0,217868
TA2	0,000440	0,222751	0,119597	0,000141	0,217868	

Fonte: Autor (2018)

6.1.1.8 Curva de *Bigot*

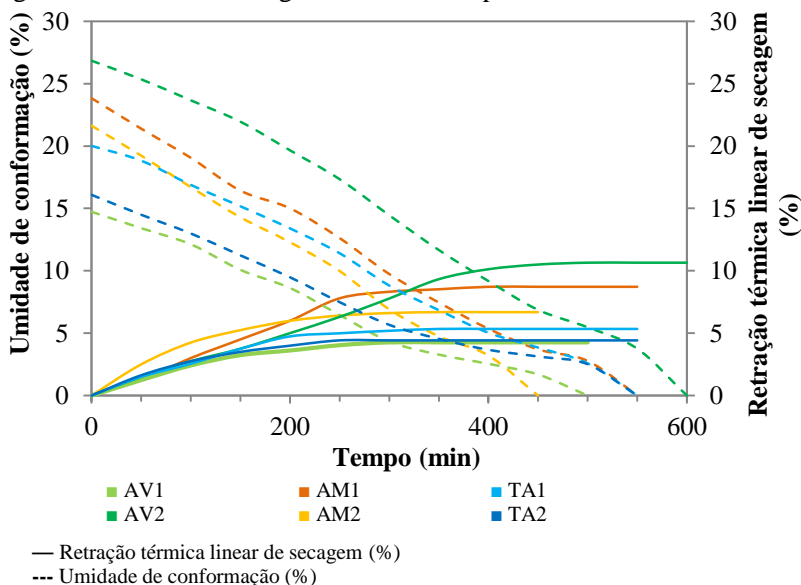
A curva de *Bigot* é uma representação gráfica da percentagem de água de conformação em função da retração de secagem. O conhecimento desta curva auxilia no estabelecimento de um ciclo de secagem. Isto permite otimizar o tempo de secagem, de modo que as peças não apresentem defeitos e, por outro lado, não permaneçam secando por

tempos demasiadamente longos, o que implicaria em aumento de custo (VIEIRA, FEITOSA & MONTEIRO, 2003).

As curvas de *Bigot* apresentam dois estágios característicos do processo de secagem: (i) perda de massa inicial com retração (período de taxa constante) e (ii) perda de massa sucessiva com retração menor (período de taxa decrescente). A eliminação da umidade durante a secagem não é um processo linear. A redução de volume é observada durante o período de taxa constante. O período de diminuição da taxa de secagem (no período não linear da curva de *Bigot*) desenvolve-se com menor retração e com formação de um volume de poros (AUNGATICHART & WADA, 2009).

A Figura 47 ilustra a curva de secagem para a perda de massa relacionada à retração térmica linear de secagem em função do tempo de secagem, que nesse caso variou de 450 a 600 min, tempo necessário para a secagem dos corpos de prova.

Figura 47 - Curva de secagem das matérias-primas em estudo.



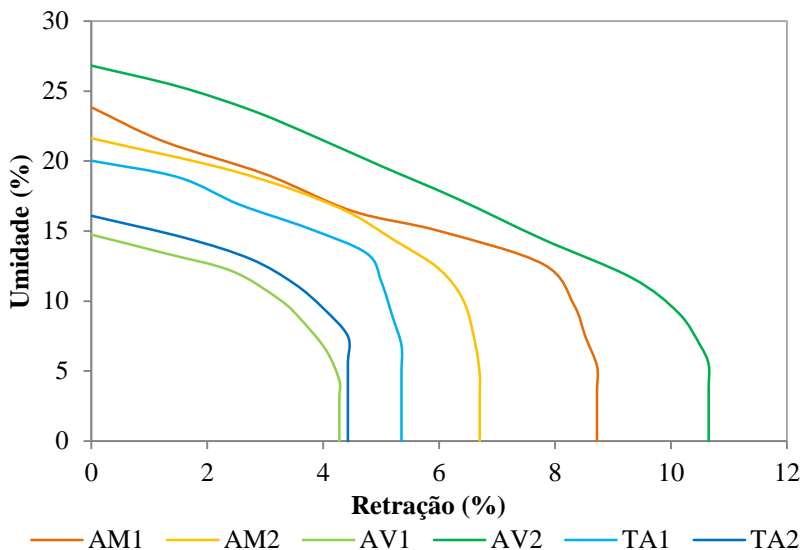
Fonte: Autor (2017)

É possível observar que a perda de umidade de conformação é constante, devido à aplicação de calor constante em estufa ($65^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ entre 450 e 600 min). A retração linear de secagem está associada ao

momento em que a peça estabiliza a retração (finaliza a contração), que passa a ser o momento onde o material cerâmico não sofrerá com a possibilidade de trincas de secagem.

A Figura 48 mostra a curva de *Bigot*, que é a relação entre a umidade de conformação e retração de secagem.

Figura 48 - Curva de *Bigot* das matérias-primas em estudo.



Fonte: Autor (2017)

A curva e *Bigot* ilustra de uma forma mais prática o comportamento da secagem, onde observa-se que as matérias-primas com menor percentual de umidade de conformação possuem menores percentuais de retração.

Os materiais com maior conteúdo de partículas de argila mostraram as características mais plásticas. As diferenças nas plasticidades das amostras estão relacionadas aos resultados de distribuição de tamanho de partícula. As quantidades variáveis de quartzo também influenciaram a plasticidade e o comportamento de secagem das argilas (NYAKAIRU, KURZWEIL & KOEBERL, 2002).

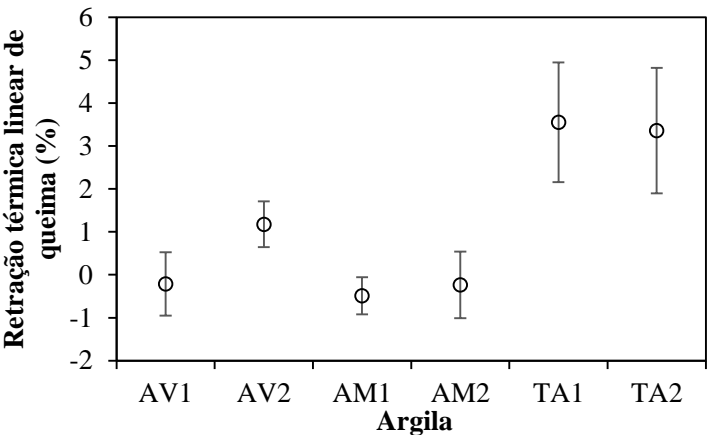
6.1.1.9 Retração térmica linear de queima

No processo de queima as matérias-primas sofrem algumas reações físico-químicas. A partir dos 700 °C verifica-se a reação química

da sílica e da alumina com óxidos fundentes, dando lugar à formação de aluminossilicatos complexos (OLIVEIRA, 2011). Outros fenômenos podem ser observados durante a queima, o que gera uma alteração dimensional da amostra, de expansão ou contração (FACINCANI, 1992).

A Figura 49 mostra o ensaio de retração térmica linear após queima a 900 °C. A Tabela 12 ilustra os valores do teste de Tukey para a retração térmica linear de queima.

Figura 49 - Gráfico com a retração térmica linear de queima.



Fonte: Autor (2018)

Tabela 12 - Teste de Tukey para o ensaio de retração térmica linear de queima.

Argila	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
AV1		0,006707	0,977883	1,000000	0,000139	0,000139
AV2	0,006707		0,000790	0,007564	0,000419	0,000143
AM1	0,977883	0,000790		0,986591	0,000139	0,000139
AM2	1,000000	0,007564	0,986591		0,000139	0,000139
TA1	0,000139	0,000419	0,000139	0,000139		0,869282
TA2	0,000139	0,000143	0,000139	0,000139	0,869282	

Fonte: Autor (2018)

Observa-se no gráfico que as argilas AV1, AM1 e AM2 apresentaram valores negativos -0,2, -0,5 e -0,2 % respectivamente, ou seja, há uma expansão da peça após o processo de queima. O excesso de material argiloso resulta em contração a elevadas temperaturas, caso de AV2, com uma retração de 1,2 %. As matérias-primas TA1 e TA2 apresentam uma elevada retração de queima, 3,6 e 3,4 % respectivamente.

Esse fenômeno se dá devido a maior quantidade de óxidos fundentes, principalmente K_2O (tabela 7), que formam fases líquidas e aumentam a densidade após queima (FACINCANI, 1992).

Para o teste de Tukey, obteve-se as médias quadráticas de 0,71 e variância (graus de liberdade) de 53, a tabela apresenta que AV1 possui semelhança com AM1 e AM2, a AM1 também com AM2 e os argilitos TA1 e TA2 também são equivalentes.

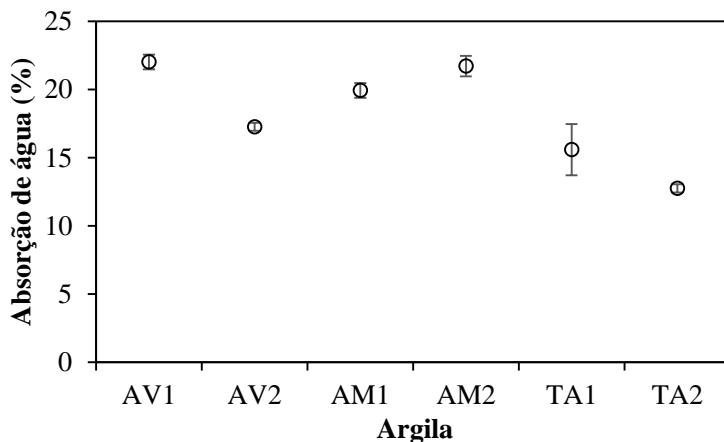
6.1.1.10 Absorção de água

A absorção de água ocorre devido a forças de capilaridade quando a amostra é imersa em água, que penetra na peça ocupando os poros, gerando um aumento de massa, definido em percentual. Assim como ocorre para a resistência mecânica, o ensaio de absorção de água é proposto pela NBR 15270-2 (ABNT, 2017b), e estabelece limites mínimos e máximos (entre 8 e 25 %) para que a peça atenda à norma.

Elevados índices de absorção de água podem ser relacionados à alta porosidade e baixa densidade, o que ocasiona problemas de resistência mecânica. A cerâmica vermelha apresenta seu pior desempenho em contato com a umidade, o que aumenta a relevância do ensaio em questão (ANDRADE *et al.*, 2011; FACINCANI, 1992).

A Figura 50 ilustra o gráfico de absorção de água obtidos.

Figura 50 - Gráfico com os valores para a absorção de água.



Fonte: Autor (2017)

Todas as argilas estão no intervalo estipulado por norma (ABNT, 2017b), entre 8 e 25 %. As argilas AV1 e AM2 apresentam 22 % de umidade absorvida, o que pode ser justificado pelos altos teores de resíduo bruto (sílica livre) encontrado nessas matérias-primas, que tendem a formar poros de maior volume (AOUBA, *et al.*, 2016). AM1 apresenta uma absorção de ~ 20 %, diferença não tão elevada em relação às argilas anteriores, mas que para essa matéria-prima resultou em melhor empacotamento, pois assim como AV1 e AM2, apresenta sílica livre, que auxilia na formação de poros maiores. A argila AV2, com menor percentual de argilominerais, apresentou 17 % de AA, valor muito comum em argilas plásticas, pois estas têm menor resíduo bruto (sílica livre) e maior quantidade de argilominerais, associados à geração de poros pequenos devido seu menor tamanho de partículas, resultando em melhor empacotamento durante a secagem, e melhor fusibilidade durante a queima (AOUBA, *et al.*, 2016). Os argilitos, TA1 e TA2, apresentaram uma absorção de umidade de 15,6 e 12,7 respectivamente. Os “taguás” são materiais beneficiados (moídos), que possuem maior percentual de grãos finos ($< 2 \mu\text{m}$), que auxiliam no empacotamento durante a conformação, e são constituídos por materiais fundentes, que ajudam na formação de fase líquida e densificam melhor a peça durante a queima.

A Tabela 13 ilustra os valores do teste de Tukey para o ensaio de absorção de água.

Tabela 13 - Teste de Tukey para o ensaio de absorção de água.

Argila	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
AV1		0,000134	0,004616	0,991557	0,000134	0,000134
AV2	0,000134		0,000316	0,000134	0,031943	0,000134
AM1	0,004616	0,000316		0,020032	0,000134	0,000134
AM2	0,991557	0,000134	0,020032		0,000134	0,000134
TA1	0,000134	0,031943	0,000134	0,000134		0,000211
TA2	0,000134	0,000134	0,000134	0,000134	0,000211	

Fonte: Autor (2018)

No teste de Tukey, obteve-se as médias quadráticas de 0,81 e variância (graus de liberdade) de 30, a tabela apresenta que AV1 possui diferença com AM2.

6.1.1.11 Resistência mecânica à compressão

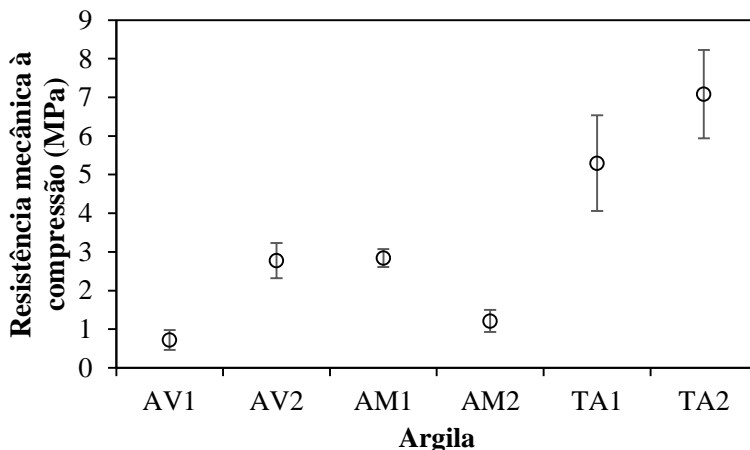
A resistência mecânica à compressão dos corpos cerâmicos está diretamente ligada a absorção de água, que é resultante na quantidade de

poros presentes na peça, bem como é oriunda de uma menor densificação durante o processo de conformação, secagem e queima. A literatura traz que a presença de umidade tende a minimizar a resistência da peça (SATHIPARAN & RUMESHKUMAR, 2018).

A investigação da resistência pós queima nessa etapa, serviu para auxiliar na escolha das matérias-primas que viriam a ser usadas na etapa seguinte.

O ensaio de resistência mecânica à compressão foi realizado conforme norma técnica (ABNT, 2017a) e os resultados podem ser observados na Figura 51.

Figura 51 - Resultados de resistência mecânica à compressão.



Fonte: Autor (2018)

De acordo com os resultados apresentados, observa-se que as argilas AV1 e AM2 não atendem às normas, resultando em 0,7 e 1,2 MPa respectivamente de resistência à compressão. Coincidentemente, essas argilas possuem maiores diâmetro de grãos médios (76,46 e 28,30 μm) e maiores percentuais de resíduo bruto (57,1 e 29,8 %), mostrando que não houve bom empacotamento por apresentarem tamanhos mais grosseiros e presença de quartzo livre em demasia. Por norma, o valor mínimo a ser atingido é 1,5 MPa. As demais matérias-primas se enquadram na devida norma, AV2 e AM1, ambos com 2,8 MPa e os argilitos (TA1 e TA2) que atingiram 5,3 e 7,1 MPa respectivamente. A Tabela 14 ilustra os valores do teste de Tukey para o ensaio de resistência mecânica à compressão, na qual obteve-se as médias quadráticas de 0,54 e variância (graus de

liberdade) de 71, a tabela apresenta que AV1 possui diferença com AM2 e AV2 com AM1.

Tabela 14 - Teste de Tukey para o ensaio de resistência mecânica à compressão.

Argila	AV1	AV2	AM1	AM2	TA1	TA2
AV1		0,000127	0,000127	0,531987	0,000127	0,000127
AV2	0,000127		0,999913	0,000136	0,000127	0,000127
AM1	0,000127	0,999913		0,000130	0,000127	0,000127
AM2	0,531987	0,000136	0,000130		0,000127	0,000127
TA1	0,000127	0,000127	0,000127	0,000127		0,000128
TA2	0,000127	0,000127	0,000127	0,000127	0,000128	

Fonte: Autor (2018)

6.1.1.12 Interpretação dos resultados

Com base nos resultados apresentados na Tabela 15, têm-se as condições para se avaliar e classificar as argilas, como sendo plásticas, arenosas ou não-plásticas, que segundo *Winkler*, são as matérias-primas ideais para a formulação de um material cerâmico (WINKLER, 1954).

Foram definidos como importantes para a análise dessa propriedade os resultados obtidos para resíduo bruto (RB), unidade ideal (U_i) de conformação após teste de *Pfefferkorn*, retração térmica linear de secagem (RTL_s), comparando com a literatura (OLIVEIRA, 2011), força aplicada por indentação sob mesmo gradiente de umidade (20 %) por ser uma umidade média utilizada para extrusão de massas para cerâmica vermelha (FACINCANI, 1992), análise da resistência mecânica a seco (110 °C), e por fim análise do diâmetro médio das partículas, obtidas por difratometria a laser.

Tabela 15 - Análise conjunta para classificação das matérias-primas

Argila	RB (%)	U_i (%)	RTL_s (%) 110 °C	Força (N) 20% U	RM (MPa) 110 °C	D_m (μm)
AV1	57,1	15,7	4,6	2,2	0,6	76,46
AV2	8,3	26,3	10,5	49,2	1,2	7,94
AM1	18,3	23,5	9,6	39,7	0,8	18,49
AM2	29,8	21,8	7,8	23,1	0,5	28,30
TA1	18,9	19,5	4,6	18,1	0,8	6,51
TA2	28,2	16,5	4,6	2,9	1,0	9,97

RB: Resíduo bruto; U_i : Unidade ideal (*Pfefferkorn*); RTL_s : Retração térmica linear de secagem; RM: Resistência mecânica.

Fonte: Autor (2017)

Com base na análise dos dados apresentados na Tabela 15, a matéria-prima AV1 apresenta valores apreciáveis de resíduo bruto, 57,1 % de material retido em peneira 325 mesh (44 μm), composto por sílica livre, que em adição a uma baixa umidade de conformação (15,7 %), comum em argilas de baixa plasticidade, baixa retração térmica linear de secagem (4,6 %), comumente relacionada a materiais de pouca plasticidade (OLIVEIRA, 2011), e menor resistência a 20 % de umidade (2,2 N), indica que essa argila está além de seu limite líquido. Sua baixa resistência mecânica a seco (0,6 MPa) mostra que não houve um bom empacotamento e o diâmetro médio da partícula foi o maior entre as argilas (76,46 μm). Com base nessa avaliação, AV1 é caracterizada como uma argila arenosa.

A matéria-prima AV2 possui um baixo percentual de resíduo bruto (8,3 %), o que ocasiona um maior percentual de argilomineral em sua constituição. Seu alto percentual de umidade ideal de conformação (26,3%) aponta uma argila com maior necessidade de água para chegar ao ponto de trabalhabilidade, geralmente ocasionado em argilas plásticas. A retração térmica linear após secagem foi alta, 10,5 %, o que, segundo Oliveira (2011) é comum em argilas muito plásticas. Além disto, a resistência à indentação mais alta, 49,2 N, um menor diâmetro médio do tamanho de partícula (7,94 μm) e uma alta resistência mecânica a seco (1,2 MPa), mostram que essa matéria-prima é classificada como plástica.

As matérias-primas AM1 e AM2 têm características bastante similares, com resíduo bruto de 18,3 e 29,8 %. Os teores de umidade ideal das argilas foram 23,5 e 21,8 %, o que mostra a necessidade de água para conformação, propriedade comum de argilominerais. A retração térmica linear de secagem foi 9,6 e 7,8 %, o que segundo Oliveira (2011) aponta com um bom teor de plasticidade. A resistência à indentação, de 39,7 e 23,1 N respectivamente, mostra que as argilas apresentam boa trabalhabilidade. A resistência mecânica a seco, de 0,8 MPa para a argila AM1 e 0,5 MPa para a argila AM2, relacionada ao diâmetro médio das partículas da argila, entre 18,49 e 38,30 μm para as argilas AM1 e AM2 respectivamente, resultou em um baixo empacotamento dos grãos, e auxilia no processo de secagem. Muito embora tenham propriedades plásticas, essas argilas também apresentam características de argilas arenosas, sendo, portanto, classificadas como arenosas.

As rochas sedimentares, denominadas TA1 e TA2 apresentaram resíduo bruto entre 18,9 e 28,2 %, o que as aproxima das argilas AM1 e AM2, porém, é válido ressaltar que TA1 e TA2 passaram por processo de cominuição, portanto, os resíduos não são naturais do material. A umidade ideal de conformação, de 18,5 % para TA1 e 16,6 % para TA2,

mostra materiais de baixa plasticidade, uma vez que não é necessária maior umidade para se obter a trabalhabilidade. A resistência à indentação de 18,1 e 2,9 N para TA1 e TA2 respectivamente, um amplo intervalo, mostra que mesmo com menor umidade, há grande variação na resistência à indentação, comum em argilas não-plásticas. Mesmo não sendo plásticos, ambos materiais têm resistência mecânica a seco adequada, entre 0,8 e 1,0 MPa, o que pode ser explicado pelo menor diâmetro médio das partículas, entre 6,51 e 9,97 μm respectivamente, resultado do processo mecânico de cominuição. Com base nisso, essas matérias-primas são classificadas como sendo não-plásticas, e importantes para o processo de secagem.

Uma vez classificadas, as argilas passaram por um processo seguinte de avaliação, para definir quais seriam utilizadas na segunda etapa do estudo. A Tabela 16 apresenta os valores de retração térmica linear de secagem (RTL_s) que é uma propriedade muito importante para o processo de secagem forçada. Também foram avaliadas algumas propriedades pós-queima, como retração térmica linear de queima (RTL_q) que auxilia na análise da padronização geométrica final do produto, além de absorção de água (AA) e resistência mecânica à compressão (RM) que são propriedades normatizadas.

Tabela 16 - Análise conjunta para escolha das matérias-primas

Argila	RTL _s (%) 110 °C	RTL _q (%) 900 °C	AA (%) 900 °C	RM (MPa) 900 °C	Característica
AV1	4,6	-0,2	22,0	0,7	Arenosa
AV2	10,5	1,2	17,3	2,8	Plástica
AM1	9,6	-0,5	19,9	2,8	Arenosa
AM2	7,8	-0,2	21,7	1,2	Arenosa
TA1	4,6	3,6	15,6	5,3	Não-plástica
TA2	4,6	3,4	12,7	7,1	Não-plástica

RTL_s: Retração térmica linear de secagem; RTL_q: Retração térmica linear de queima; AA: Absorção de água; RM: Resistência mecânica à compressão

Fonte: Autor (2017)

Mesmo já sendo classificada como plástica, a argila AV2 apresentou mesma característica após a queima, com alta retração de queima (1,2 %), baixa absorção de água (17,3 %), que evidencia maior densificação e resistência mecânica adequada, 2,8 MPa, acima do estabelecido por norma, 1,5 MPa (ABNT, 2017b).

Entre as matérias-primas classificadas como arenosas, enquadraram-se as argilas AV1, AM1 e AM2. Todas expandiram após o processo de

queima, o que acontece com argilas com baixos teores de argilominerais, que tendem a retrair. Segundo Dondi (2006), as argilas para fabricação de cerâmica vermelha apresentam retração após a queima, que é ótima quando inferior a 1,5 %. As três argilas atendem ao padrão proposto. A absorção de água, segundo Dondi (2006) possui uma variação ótima entre 12 e 24 %. A norma brasileira de produção de cerâmica vermelha (ABNT, 2017b) aprova as peças quando estão entre 8 e 25 %. Dentro das premissas avaliadas, as três matérias-primas atingiram o estabelecido, onde AV1 apresentou a maior absorção (22,0 %) e as argilas AM1 e AM2 apresentaram AA de 19,9 e 21,7 %. A resistência mecânica à compressão é definida por norma, e não deve ser inferior a 1,5 MPa. As argilas avaliadas apresentaram valores de 0,7 MPa para AV1, 2,8 MPa para AM1 e 1,2 MPa para AM2, sendo que apenas uma das matérias-primas atingiu o valor estabelecido. Dentre as argilas arenosas, a AM1 foi selecionada para a etapa seguinte.

As rochas sedimentares, classificadas como não-plásticas, apresentaram retração de secagem aceitável segundo Dondi (2006), com valores muito próximos a 5 %, um valor ótimo. Em contrapartida, a retração de queima excedeu os 3 %, nos dois casos, com 3,6 % para TA1 e 3,4 % para TA2, valores não aconselháveis. A alta retração de queima é associada a excesso de óxidos fundentes, sendo necessária mistura com outras argilas para estabilizar essa propriedade. A absorção de água das argilas foi de 15,6 e 12,7 % respectivamente, um valor adequado segundo Dondi (2006) e de acordo com as normas técnicas brasileiras (ABNT, 2017b) com valor permitido entre 8 e 25 %, como já citado anteriormente. Devido à alta densificação das peças, ocasionada por um bom empacotamento após a secagem, e principalmente após a queima, a resistência mecânica foi alta, como observado, 5,3 MPa para TA1 e 7,1 MPa para TA2, valores acima da norma nacional (ABNT, 2017b), que determina valores superiores a 1,5 MPa. Sob essa ótica, entende-se que TA2 é apropriada para uso como blenda na etapa seguinte.

6.2 ETAPA 2

Uma vez classificadas e posteriormente escolhidas, as argilas AV2 (plástica), AM1 (arenosa) e TA2 (não-plástica) compuseram a segunda etapa desse estudo, fazendo parte das 10 formulações com diferentes percentuais das mesmas. Essas matérias-primas são, segundo Winkler (1954) as bases para confecção de produtos cerâmicos, como telhas, blocos, tijolos e demais materiais com tal finalidade.

Como já abordado anteriormente, o planejamento e a análise dos experimentos foram efetuados com o uso da metodologia de delineamento de misturas, abordagem que tem recebido uma grande atenção na área de cerâmica nos últimos anos. Tal método permite a avaliação quantitativa da influência de parâmetros em propriedades específicas, através de análises de variância, bem como a representação gráfica deste efeito em curvas de nível sob a forma de diagrama triaxial, tendo por objetivo sistematizar e aperfeiçoar a coleta de dados a respeito de um dado universo de trabalho e, através da análise estatística dos resultados, gerar conclusões confiáveis e objetivas. Além da otimização das respostas de interesse através das variáveis de controle utilizadas, permite a determinação da influência de cada uma das variáveis envolvidas no experimento, de forma a produzir um conhecimento global a respeito do sistema em questão. (MELCHIADES, *et al.*, 2009; DAL BÓ, BARBETTA e HOTZA, 2007).

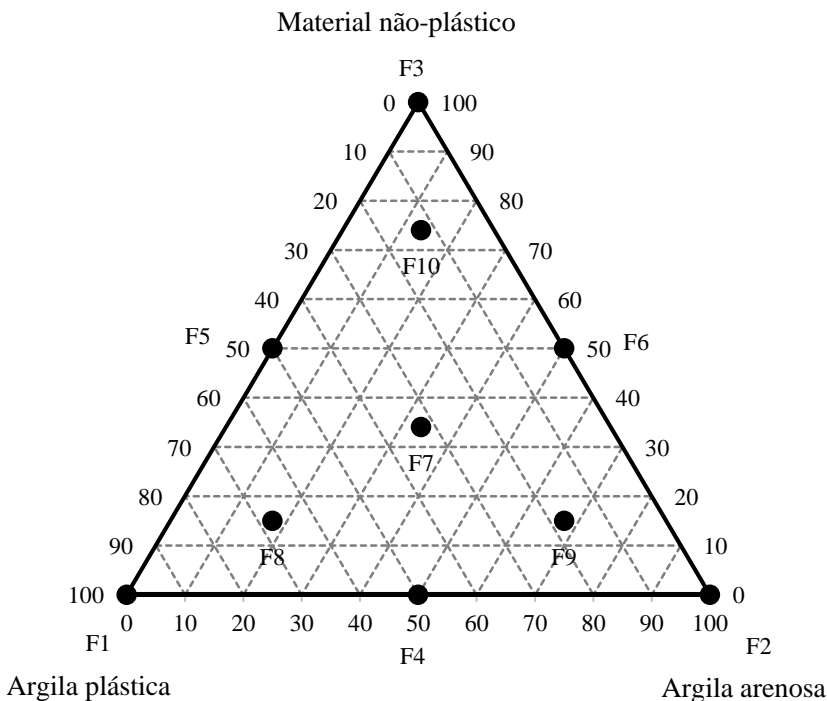
As formulações adotadas para a segunda etapa desse estudo são apresentados na Tabela 17, conforme análise dos vértices e centroide para estudo de regiões restritas, a fim de encontrar pontos para design experimentais com restrições complexas. A Figura 52 apresenta os pontos no diagrama de misturas, de cada uma das formulações avaliadas, com o objetivo de uma maior varredura.

Tabela 17 – Composições de cerâmica vermelha utilizando as matérias-primas selecionadas, de acordo com um planejamento de misturas

Formulação	Argila (%)		
	Plástica AV2	Arenosa AM1	Não-plástica TA2
F1	100	0	0
F2	0	100	0
F3	0	0	100
F4	50	50	0
F5	50	0	50
F6	0	50	50
F7	33,3	33,3	33,3
F8	66,6	16,7	16,7
F9	16,7	66,6	16,7
F10	16,7	16,7	66,6

Fonte: Autor (2018)

Figura 52 - Diagrama triaxial de misturas apontando as formulações desenvolvidas.



Fonte: Autor (2018)

6.2.1 Análise das formulações

6.2.1.1 Resíduo Bruto

Como apresentado anteriormente, o resíduo bruto contido no material argiloso é constituído majoritariamente por sílica livre (SiO_2), e vem a ser de extrema importância para o processo de secagem rápida, por auxiliar o escoamento de umidade (difusão da água dos capilares).

O ensaio de resíduo bruto foi realizado com intuito de avaliar a presença de material retido em peneira 325 mesh ($44\ \mu\text{m}$) nas formulações estudadas. A Tabela 18 mostra o percentual retido bem como a distribuição do tamanho de partículas para comparação com a literatura (OLIVEIRA, 2011).

Tabela 18 - Percentual de resíduo bruto e distribuição de material retido por peneiramento.

Formulação	R.B (%)	Distribuição granulométrica			
		Peneiras [MESH(μ m)] / retido (%)			
		100 (149)	150 (105)	200 (74)	325 (44)
F1	8,3	20,4	18	20	41,6
F2	18,3	3,2	0,2	2,6	94,0
F3	28,2	82,1	4,8	4,4	8,8
F4	20,3	29,6	8,4	10,1	51,9
F5	29,6	80,4	6,7	5	8
F6	36	62,5	4,7	5,3	27,5
F7	27,8	61,2	7	7,1	24,8
F8	15,3	57,1	9,7	5,9	27,4
F9	29,1	36,8	5,7	6,4	51,2
F10	21,7	75,8	4,6	3,2	16,4

Fonte: Autor (2018)

Como comentado anteriormente, o resíduo bruto apresenta uma distribuição de tamanho de grãos que auxilia na extrusão, e que por ser constituído predominantemente por não-argilominerais, auxilia no processo de secagem, atuando como formador de capilares que escoam a umidade do interior da peça para a superfície, facilitando a secagem.

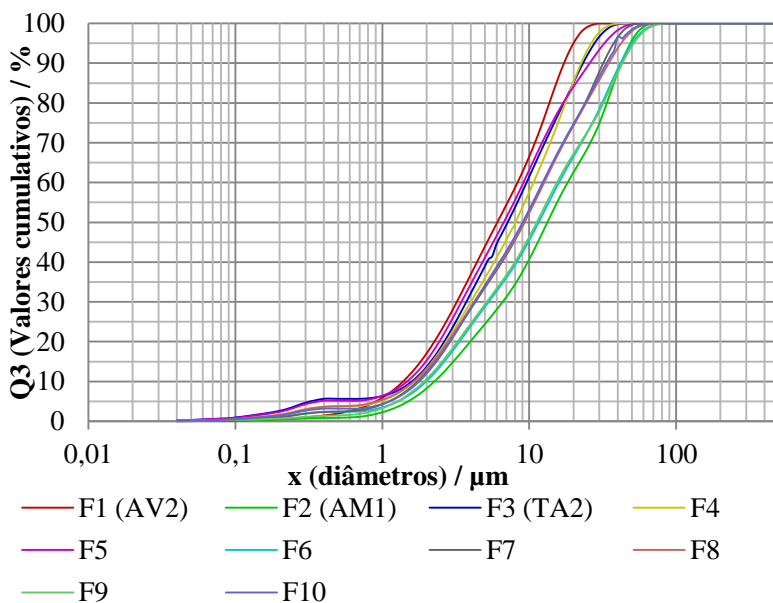
Como observado, o resíduo bruto da F1, constituído unicamente por argila plástica, apresentando baixo percentual de resíduo, apenas 8,3 %. Porém, as misturas com as demais matérias-primas resultam em resíduo de 15,3 % (F8) quando F1 forma 66,7 % da massa, 20,3 % (F4) e 30 % (F5) quando F1 é misturada com a argila arenosa (F2) e o argilito (material não-plástico, F3) respectivamente. O uso de argilito (F3) individualmente, constituído por grãos maiores, retidos em peneira 100 mesh (149 μ m), e misturado a F5 (argila plástica), resultou em resíduo superior a 80 % de material retido na maior malha. A utilização de F2 (argila arenosa), com 3,21 % de material retido na maior malha, resulta em resíduo constante nas formulações. A presença de argila arenosa (F2) nas formulações resulta em aumento da fração de grãos inferiores a 74 μ m. Quando utilizada individualmente, F2 apresenta > 90 % de grãos passantes em malha 200 mesh (74 μ m). Quando usada nas misturas, o resíduo foi maior que 50 % (F4 e F9). O resíduo bruto da distribuição mais fina tem dupla função no processo: auxilia no empacotamento e, por não ser argiloso, não há interação com água, minimizando então os problemas com umidade. Porém, a fração de resíduo bruto deve ser

controlada, pois a fração de argila é importante para o processo, bem como a presença de grãos maiores é fundamental para auxiliar o escoamento da umidade do interior da peça.

6.2.1.2 Distribuição do tamanho de partículas

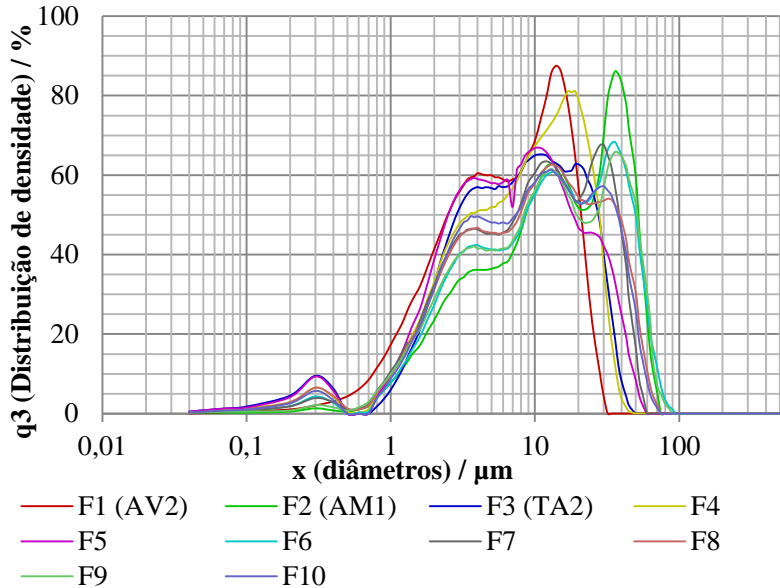
A distribuição do tamanho de partículas mostra o percentual de material que está no intervalo de argila, silte e sílica. A Figura 53 mostra a curva cumulativa de distribuição de tamanho de partículas, a Figura 54 apresenta a distribuição do material em função do diâmetro, e por fim, a Tabela 19 apresenta os resultados de distribuição de tamanho de partículas das matérias-primas nas frações acumuladas de 10 %, 50 % e 90 %, assim como o diâmetro médio de partículas (D_m).

Figura 53 - Curvas cumulativas de distribuição de tamanho de partículas para as formulações em estudo.



A curva de distribuição do tamanho de partículas, ilustrada na Figura 54, apresenta que as formulações são bimodais.

Figura 54 - Curvas de distribuição de tamanho de partículas para as formulações em estudo.



Fonte: Autor (2018)

Tabela 19 - Distribuição de tamanho e diâmetro médio de partículas das formulações em estudo.

M.P	10 % (μm)	50 % (μm)	90 % (μm)	D_m (μm)	<2 μm	2-20 μm	> 20 μm
					%		
F1	1,38	6,06	17,24	7,94	17,05	77,99	4,96
F2	2,27	13,29	42,31	18,49	8,21	54,34	37,45
F3	1,59	7,13	23,25	9,97	13,64	71,43	14,93
F4	1,64	8,04	22,57	10,28	13,22	72,08	14,70
F5	1,47	6,71	25,79	10,32	15,21	68,84	15,95
F6	1,99	11,59	41,83	17,28	10,04	55,98	33,98
F7	1,73	9,27	31,89	13,27	12,36	61,99	25,65
F8	1,64	9,26	34,74	13,91	13,09	61,30	25,61
F9	1,92	11,25	42,97	17,37	10,58	56,60	32,82
F10	1,78	9,02	33,56	13,61	11,94	62,79	25,27

Fonte: Autor (2018)

Por se tratar de uma blendagem, é visível que os valores de distribuição estão dentro de um intervalo, iniciado e terminado por uma

das três primeiras formulações. Desta forma, a argila plástica (F1), com o menor diâmetro médio (7,9 μm), e a argila arenosa (F2), com o maior diâmetro médio (18,5 μm), e as demais formulações, estão distribuídas dentro deste intervalo. Essas duas matérias-primas também representam os extremos de percentual inferior a 2 μm , tamanho que define a fração de argila, com 17,1 % retido para F1 e 8,2 % para F2 e mais uma vez as demais formulações estão distribuídos dentro desse intervalo. O mesmo ocorre para os intervalos de 2 a 20 μm , que define a fração de silte, e acima de 20 μm , a fração de areia. F1 apresenta 78 % retido na fração de silte e F2, 54,3 %. Para a fração de areia, F1 apresenta 5 % retido, e F2 37,5 %.

6.2.1.3 Plasticidade

O teor de umidade ideal das formulações, para a etapa 2, foi determinado por média ponderada, que definiu o percentual de umidade que as formulações devem ser processadas. Os resultados podem ser observados na Tabela 20.

Tabela 20 - Índice de umidade ideal por média ponderada

Formulação	Umidade ideal (%)
F1	26,3
F2	23,5
F3	16,6
F4	24,9
F5	21,4
F6	20,1
F7	22,1
F8	24,2
F9	22,8
F10	19,4

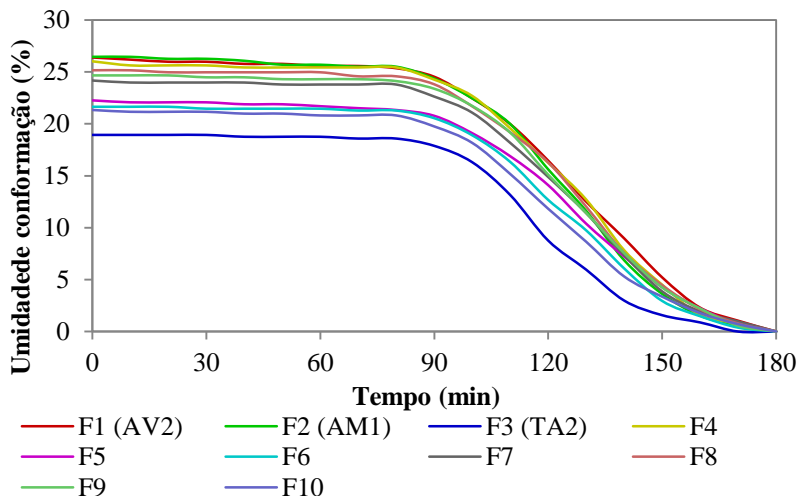
Fonte: Autor (2018)

6.2.1.4 Curva de *Bigot*

Ao contrário da forma que foi conduzida na primeira etapa, que consistiu em realizar a secagem das matérias-primas de forma forçada, porém lenta, a Curva de *Bigot* foi realizada para analisar o comportamento das formulações na segunda etapa, porém, de forma forçada e rápida. A Figura 55 apresenta o gráfico referente à perda de umidade durante o processo de secagem, já a Figura 56 apresenta a retração durante o

processo de secagem. O apêndice C mostra as curvas individuais, com a perda de massa e retração térmica linear de secagem. A Figura 57 ilustra a relação entre essas propriedades, que é a Curva de *Bigot*.

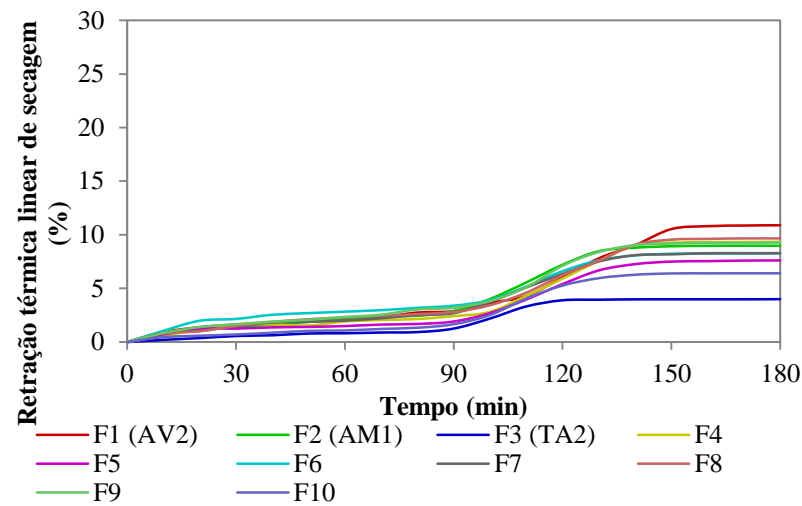
Figura 55 - Perda de umidade em função do tempo para as formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

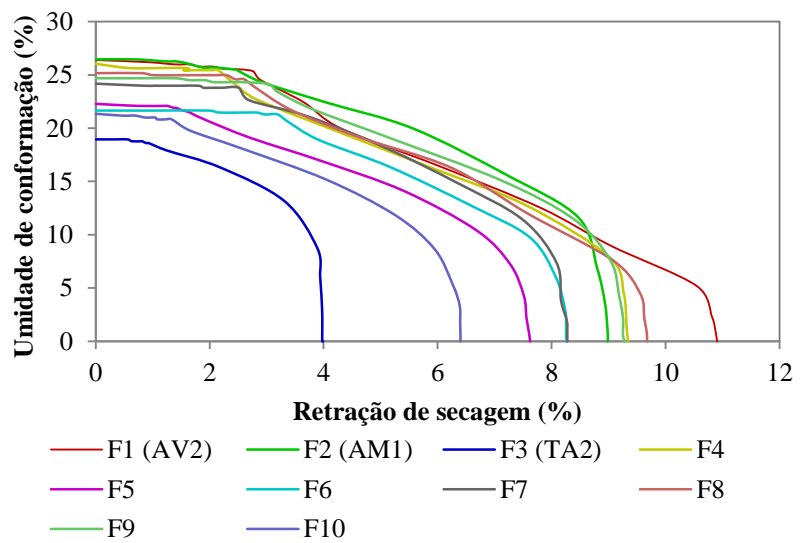
No gráfico da perda de umidade observa-se um comportamento diferente da primeira etapa (secagem em estufa), não havendo uma perda de umidade constante, mas ao contrário, não há perda de umidade nos primeiros 40 % do tempo do ciclo de secagem na zona úmida. O mesmo comportamento é visualizado no gráfico de retração, onde se observa uma retração térmica bastante baixa ($< 3\%$). Nos 30 % seguintes, na zona neutra, há uma perda mais acentuada de massa, e também maior retração. Em teoria, é nesse momento o ideal para estabilizar a retração térmica linear de secagem, para que na zona seca não haja possibilidade de geração de trincas. Observa-se que para o ciclo determinado, apenas a composição F3 foi estabilizada na zona neutra. Nos últimos 30 % se encontra a zona seca, que é o local de baixa umidade e altas temperaturas e velocidade do ar. Foi nessa zona que praticamente todas as matérias-primas passaram sua zona crítica, e onde surgiram as trincas nas peças.

Figura 56 - Retração térmica linear de secagem em função do tempo para as formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

Figura 57 - Curva de *Bigot* das formulações estudadas, sob secagem de ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

A curva de *Bigot* da secagem de ciclo rápido apresenta leve tendência para estabilização da umidade, com pouca inclinação da curva, para o período da zona úmida. Posteriormente, a partir da zona neutra, inicia a perda de massa propriamente dita.

É possível observar que o uso de argilito nas formulações auxilia numa estabilização mais acelerada (devido à baixa retração de secagem), o que ocasiona um tempo menor de secagem, sendo um fator determinante na secagem forçada de ciclo rápido. Entretanto, a argila arenosa estudada possuiu maior teor de umidade, bem como maior retração, assemelhando-se à argila plástica, que por sua vez, utilizada em teores acima de 60 % resulta em maior retração térmica linear de secagem.

6.2.1.5 Perda de umidade

A principal função da secagem é a retirada da umidade, e como já mencionado, deve ser executada de maneira bastante controlada. Esse controle é efetuado pelo controle da umidade interna dos secadores, distribuída entre as zonas de secagem.

A Tabela 21 apresenta o percentual de umidade perdido ao final de cada uma das zonas de secagem.

Tabela 21 - Perda de umidade ao final de cada uma das zonas de secagem.

Formulação	Zona					
	úmida		neutra		seca	
F1	1,03	±0,63	13,89	±4,17	26,39	±1,09
F2	0,95	±0,58	14,84	±2,58	26,47	±1,95
F3	0,35	±0,27	12,98	±0,74	18,95	±0,34
F4	0,59	±0,52	13,31	±1,18	26,02	±0,34
F5	0,93	±0,58	11,88	±1,14	22,27	±0,26
F6	0,36	±0,28	11,91	±1,33	21,65	±0,02
F7	0,38	±0,29	12,77	±2,44	24,17	±1,08
F8	0,58	±0,01	13,13	±2,23	25,15	±0,89
F9	0,54	±0,48	13,25	±2,14	24,67	±0,62
F10	0,52	±0,47	12,69	±2,14	21,34	±1,53

Fonte: Autor (2018)

Ao final da zona úmida observa-se uma perda de umidade de aproximadamente 1 %, o que é normal, devido aos altos teores de umidade relativa no interior do secador durante essa etapa. Ao final da zona neutra, é possível observar uma maior perda de umidade em relação

à zona úmida, devido à diminuição da umidade relativa interna do secador, bem como ao aumento gradual da temperatura de secagem e da velocidade do ar. Nota-se que não há uma regularidade da perda de umidade, muito embora os maiores valores se encontrem nas formulações com menor teor de argilito. Ao final do processo de secagem, nota-se que as argilas com menores teores de umidade são das formulações com maiores percentuais de argilito, que é uma matéria-prima com menor necessidade de água para conformação.

6.2.1.6 Retração térmica linear de secagem

A retração térmica linear de secagem é de fundamental importância na secagem para se prever possíveis perdas de processo. Para que haja uma secagem forçada com menor número de perdas, a retração da peça deve ser a menor possível, e deve ser estabilizada antes da zona seca.

A Tabela 22 traz os valores para a retração térmica linear de secagem ao final de todas as zonas de secagem, observadas no estudo.

Tabela 22 - Retração térmica linear de secagem ao final de cada uma das zonas de secagem.

Formulação	Zona					
	úmida		neutra		seca	
F1	2,75	±0,64	7,82	±1,84	10,91	±1,27
F2	2,46	±0,64	8,47	±0,79	8,98	±0,86
F3	0,93	±0,62	3,94	±0,92	3,99	±0,95
F4	2,15	±1,12	7,57	±1,03	9,34	±1,06
F5	1,69	±0,50	6,67	±0,92	7,61	±0,63
F6	3,19	±1,14	7,62	±1,06	8,27	±0,96
F7	2,51	±0,51	7,50	±0,95	8,28	±0,76
F8	2,61	±1,33	7,57	±2,43	9,67	±1,65
F9	3,04	±1,14	8,39	±1,32	9,28	±1,22
F10	1,33	±0,55	5,95	±0,72	6,40	±0,55

Fonte: Autor (2018)

Ao final da zona úmida, observa-se uma retração de aproximadamente 3 %, principalmente para maiores percentuais das argilas plástica (F1) e arenosa (F2). Esse percentual de retração é considerado normal, pois as matérias-primas plásticas tendem a maiores retrações. Porém, como a zona úmida apresenta maior teor de umidade interna de secagem, a retração da peça é minimizada. Ao final da zona neutra, ilustra os maiores valores de retração para as composições

formadas por argila, diminuindo para àquelas formadas por argilito (F3). Ao final do processo de secagem, as argilas apresentaram maior retração (argila plástica, com retração $>10\%$ e argila arenosa, com aproximadamente 9%), diminuindo gradativamente com a adição de argilito (F3), para $<4,75\%$. A retração deve ser muito bem controlada para a realização de uma secagem mais eficiente e sem perdas, sendo extremamente necessário que se estabilize ainda no final da zona neutra, entrando na zona seca apenas para perda final de umidade. Desta forma, o material não-plástico (F3) retraiu apenas $0,05\%$ na zona seca, entrando assim nessa última etapa praticamente estabilizada. A argila arenosa (F2) retraiu apenas $0,5\%$ na zona seca. Já a argila plástica (F1), retraiu $3,09\%$ na zona seca, sendo um percentual bastante expressivo, que pode acarretar problemas de secagem.

Nas demais formulações, com presença de argila plástica em teores superiores a 50% , a retração na zona de secagem foi $>1\%$. Quando os teores dessa argila são mais baixos ou não presentes, a retração na zona de secagem foi $<1\%$.

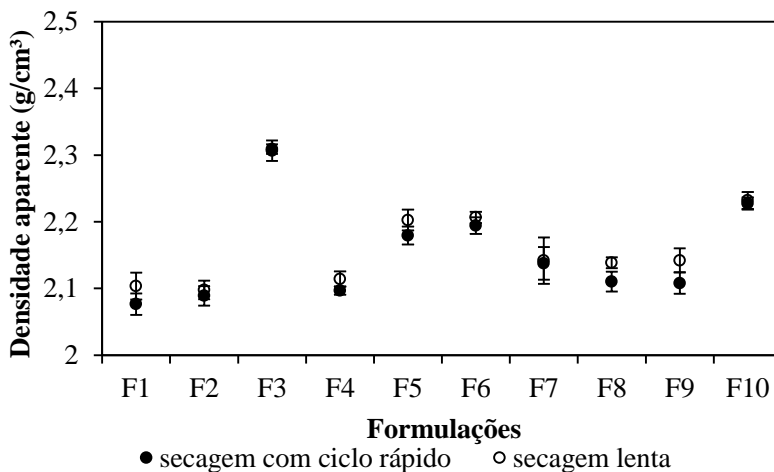
6.2.1.7 Densidade relativa e aparente

Argilas com maior plasticidade tendem a ser mais densas quando conformadas, devido ao percentual de argilominerais que contêm. Porém, a falta de materiais arenosos pode ser prejudicial à secagem, causando problemas eventuais no processo. Muito embora o resíduo bruto contido na argila em tamanhos de partículas mais grosseiros ajude o processo de secagem, esse pode gerar porosidade, resultante de uma não densificação da argila durante a conformação. Uma extrusão pouco eficiente também pode causar baixa densidade, sendo que os problemas de quebras se acentuam durante a logística/transporte das peças cerâmicas após a secagem.

Densidades a verde elevadas são vantajosas para uma densificação otimizada a baixas temperaturas de sinterização. Uma densidade mais homogênea minimiza os efeitos causados por uma sinterização diferencial (YANG *et al.*, 2003).

O ensaio de densidade foi realizado nas peças após secagem forçada com ciclo rápido e em peças com secagem lenta ($50\text{ }^{\circ}\text{C}$) para comparar se houve diferença entre os métodos. A Figura 58 mostra os valores de densidade aparente entre os métodos rápido e lento.

Figura 58 - Gráfico da densidade aparente das amostras secas com secagem de ciclo rápido e secagem lenta (50 °C).



Fonte: Autor (2018)

É possível observar que, independentemente do método de secagem, a densidade não alterou significativamente, mantendo-se praticamente igual.

Muito embora a diferença de densidade tenha sido pequena na secagem rápida (de 0,20 g/cm³ do material mais denso ao menos denso), a densidade aparente foi maior na região com maior teor de argilito devido ao melhor empacotamento das partículas no processo de conformação.

Comparando-se os diferentes métodos de secagem, seja ele lento (50 °C) ou forçado de ciclo rápido, os resultados são bastante semelhantes, e a diferença entre os materiais mais densos e os menos densos foi de 0,23 g/cm³, sendo o argilito o material com maior densidade aparente.

O ensaio de densidade por picnometria de gás hélio determina a densidade verdadeira de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de um gás numa câmara de volume conhecido (MOURA & FIGUEIREDO, 2002). Os valores obtidos para esse ensaio são apresentados na Tabela 23, e posteriormente foram usados para descobrir a densidade relativa das formulações estudadas.

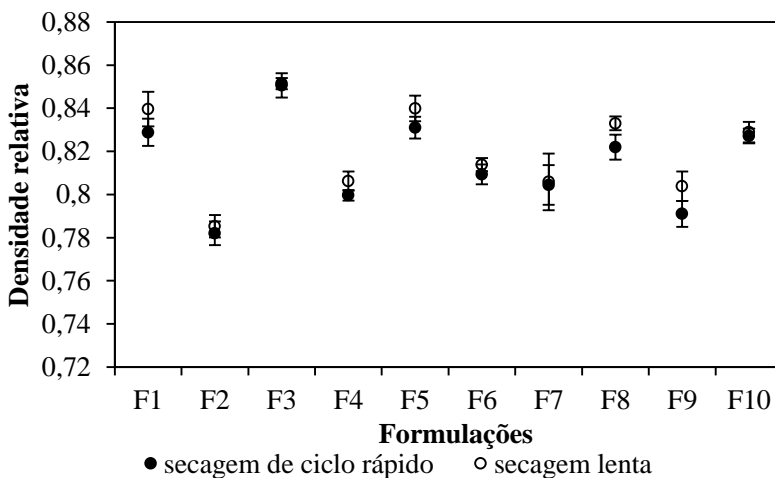
Tabela 23 - Densidade real obtida por picnometria de gás hélio

Formulação	Densidade real (g/cm ³)
F1	2,5053
F2	2,6716
F3	2,7117
F4	2,6225
F5	2,6224
F6	2,7113
F7	2,6577
F8	2,5674
F9	2,6649
F10	2,6927

Fonte: Autor (2018)

Assim como a densidade aparente, o ensaio de densidade relativa foi realizado nas peças secas em ciclo rápido forçado e em peças secas de forma lenta (50 °C) para comparar se houve diferença entre os métodos. A Figura 59 mostra os percentuais de densidade relativa entre os métodos rápido e lento.

Figura 59 - Gráfico da densidade relativa das amostras secas com secagem forçada de ciclo rápido e secagem lenta (50 °C).



Fonte: Autor (2018)

Assim como ocorreu para a densidade aparente, a densidade relativa não se alterou significativamente, mantendo-se praticamente igual, independentemente do método escolhido para secagem.

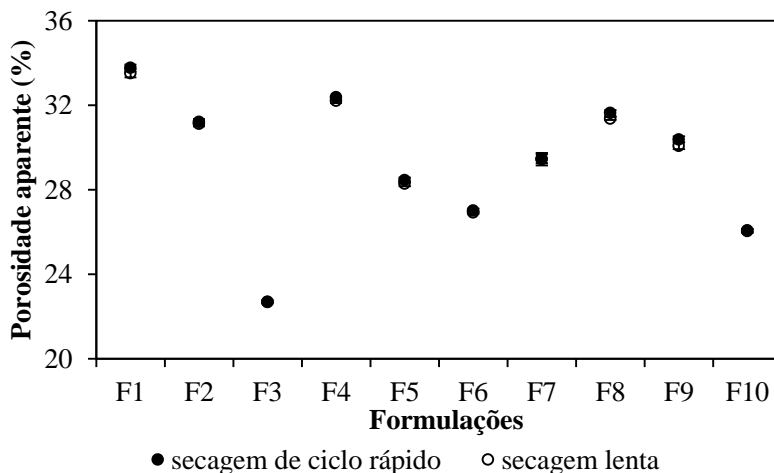
6.2.1.8 Porosidade aparente

A porosidade está quase sempre presente em materiais cerâmicos, podendo ocorrer em uma grande diversidade de tamanhos, formas e distribuições. As características das porosidades são determinantes para o processo de falha de um material, uma vez que é a partir dos poros que a nucleação e propagação de fissuras começam (VILLAR *et al*, 2008; KINGERY, BOWEN & UHLMANN, 1976).

Portanto, poros são geralmente bastante prejudiciais para a resistência do material cerâmico, não só porque eles reduzem a área transversal sobre a qual a carga é aplicada, mas porque eles agem como concentradores de tensão e ainda podem gerar alterações dimensionais (BARSOUM, 2003; NORTON, 1973).

O gráfico da Figura 60 mostra o percentual de porosidade aparente para os métodos de secagem realizados, nas formulações estudadas.

Figura 60 - Gráfico do percentual de porosidade aparente das amostras secas por secagem lenta (50 °C) e forçada por ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

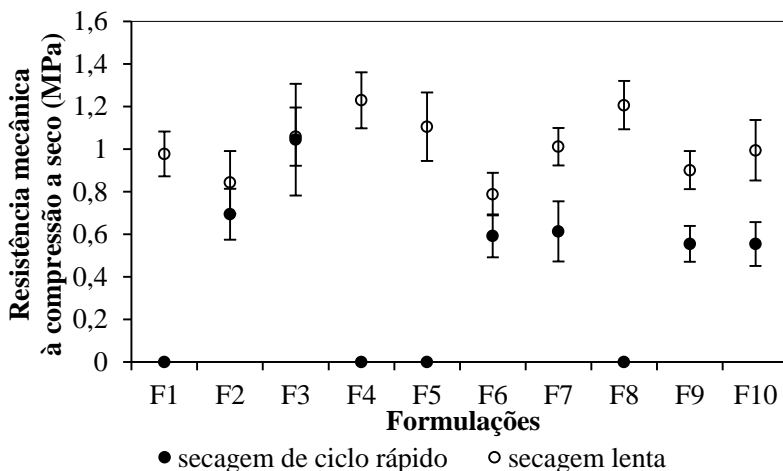
A porosidade está diretamente relacionada com o grau de empacotamento dos grãos e perda de umidade de conformação durante a secagem. Portanto, materiais mais densos tendem a apresentar uma porosidade menor, o que pode ser observado para o argilito (F3), que apresentou maior densidade e menor porosidade aparente, e todas as formulações com adição deste material em quantidade superior a 50 %, apresentaram menor porosidade aparente a seco.

O argilito (F3) apresentou o menor percentual de porosidade, devido à melhor densificação das amostras em função do empacotamento dos grãos durante a extrusão. A menor quantidade de umidade na conformação reduz a quantidade de poros gerados, justificando a maior porosidade das peças com maior teor de argilas (plástica e arenosa), onde é necessária maior umidade para conformação. Também foi observado que, independentemente do método de secagem adotada (lento ou ciclo rápido), não houve alteração no percentual de poros aparentes das peças.

6.2.1.9 Resistência mecânica à compressão a seco

A Figura 61 apresenta o gráfico com o ensaio de resistência mecânica à compressão a seco das peças secas por método forçado lento e através de ciclos rápidos.

Figura 61 - Gráfico da resistência mecânica à compressão a seco das amostras secas por secagem lenta (50 °C) e forçada de ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

Como descrito anteriormente, a resistência mecânica à compressão a seco não é monitorada por nenhuma normativa, porém, auxilia no manejo das peças secas e é representativa da qualidade final do produto.

Vários fatores podem influenciar na resistência mecânica de uma peça cerâmica quando seca. O grau de empacotamento é um deles, e pode resultar em uma melhor resistência. A porosidade, resultante de uma não densificação durante o processo de conformação e da perda de umidade da secagem, pode ser determinante na perda de resistência da peça cerâmica. O processo de secagem, principalmente quando forçada, se não realizado de forma controlada, pode ocasionar fissuras que diminuem a resistência da peça.

Interpretando o gráfico da Figura 60, é possível observar que o argilito (F3) apresentou resultados similares, independentemente do método de secagem. A argila arenosa (F2) apresentou resistência mecânica similar entre os métodos, bem como a blendagem dessas duas matérias-primas, a formulação F6.

Para a secagem lenta, o uso de argila plástica auxilia na qualidade da peça a seco, bem como o uso de argilito, resultando em aumento de resistência mecânica. O uso de argila plástica estabiliza a resistência mecânica a seco das formulações que a utilizam. A argila arenosa diminui a resistência mecânica, principalmente quando utilizada com argilito.

É possível observar que, diferentemente da secagem lenta, a argila plástica (AV2) diminui a resistência mecânica a seco da peça pela secagem forçada rápida. As formulações com mais de 50 % de adição de argila plástica resultam em mais 80 % de perdas de processo, e não tiveram corpos-de-prova suficiente para realização do ensaio e foram zerados.

6.2.1.10 Análise Estatística

6.2.1.10.1 Perdas de processo

Foi observada em algumas das formulações a aparição de trincas, que podem ter as mais diversas origens. Para Oliveira (2011), são geradas por problemas mecânicos relacionados à extrusão e regulagem de matriz e que em muitos casos só são percebidos na secagem, etapa onde também há formação de trincas, principalmente quando a secagem é forçada. Se não houver uma boa preparação da massa cerâmica e regulagem de secadores, podem surgir perdas no processo pela formação de trincas. A Tabela 24 apresenta a quantidade de perda, para cada uma das diferentes formulações, no processo de secagem forçada de ciclo rápido.

Tabela 24 - Percentual de perda, por formação de trincas, durante o processo de secagem com ciclo rápido

Formulação	Perda (%)
F1	100
F2	8,69
F3	0
F4	86,95
F5	95,65
F6	0
F7	52,17
F8	100
F9	26,08
F10	26,08

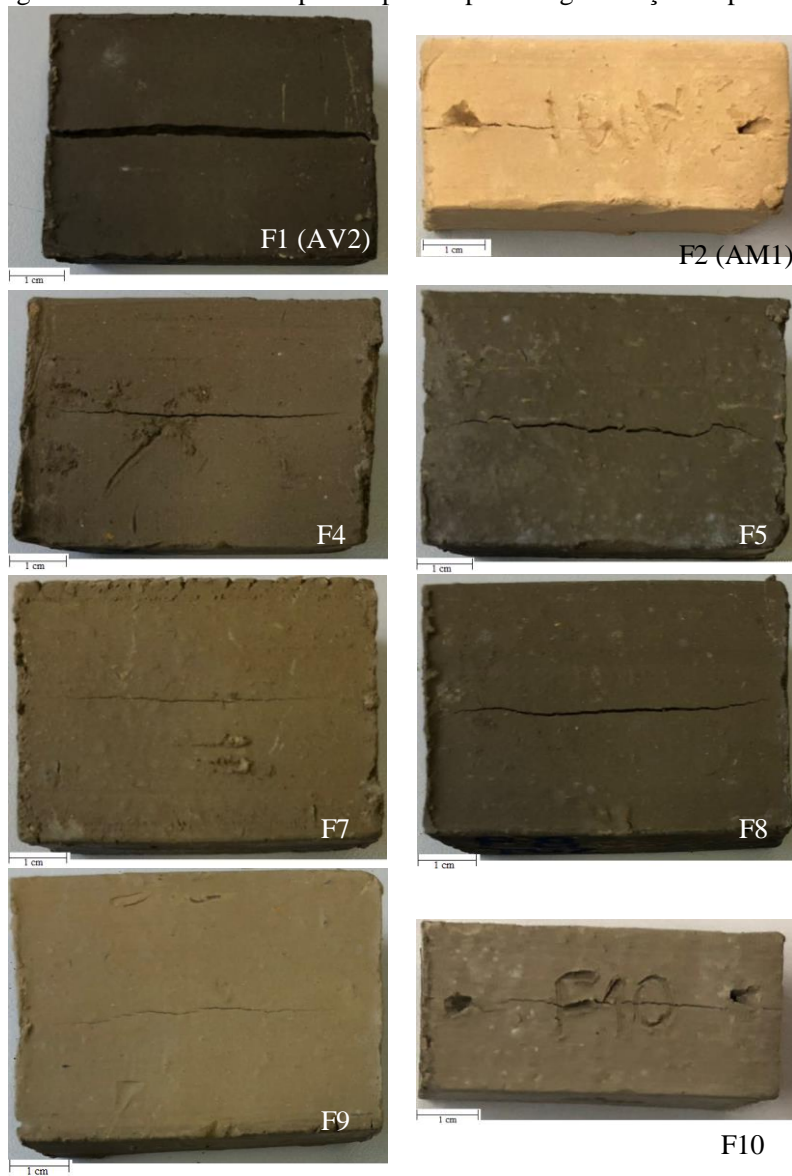
Fonte: Autor (2018)

O percentual de perda observado no estudo foi baseado na quantidade de peças danificadas ao final de toda a investigação. A perda é relacionada ao surgimento de trincas externas visíveis na superfície das amostras.

Com base nos resultados apresentados na Tabela 24, conclui-se que a incorporação de argila plástica tende a aumentar a perda durante o processo de secagem. Essas perdas minimizam-se em função da diminuição de argila plástica adicionada às formulações. Portanto, F1 e F8, que possuem percentuais acima de 65 % de argila plástica, resultaram em 100 % de perdas. A adição de 50 % de argila plástica nas formulações F4 e F5 resultou em perdas elevadas, ~ 87 % e ~ 96 % respectivamente. As perdas são de 50 % com a adição de 33 % de argila plástica. Por fim, com 16 % desse material incorporado, tem-se perda de 26 %. Quando utilizadas individualmente, o argilito e a argila arenosa apresentam perdas abaixo de 10 %. O uso de argilito individualmente e com 50 % de mistura com a argila arenosa resulta em nenhuma perda. O uso de argila arenosa, resulta em apenas 8,7 % de perda, com apenas 2 amostras danificadas.

A Figura 62 mostra as trincas formadas nos corpos-de-prova após o processo de secagem com ciclo rápido.

Figura 62 - Trincas nos corpos-de-prova após secagem forçada rápida.



Fonte: Autor (2018)

Como já comentado anteriormente, as perdas de processo podem ser oriundas das mais diversas fontes, que são evidenciadas durante a secagem, com ênfase para o processo de conformação.

Durante o processo de conformação não foi realizada a análise da velocidade de extrusão, bem como regulagem da matriz, pois por se tratar de um equipamento laboratorial, não foi possível alterar estes parâmetros. Desta forma, todas as amostras foram conformadas sob mesma condição.

As perdas durante o processo de secagem (ilustrados na Figura 58), que segundo Oliveira (2011) podem ser oriundas do processo de extrusão, mas que se tornaram evidentes durante a secagem forçada de ciclo rápido. Também é possível observar que as fissuras são minimizadas com a diminuição da incorporação de argila plástica, mostrando que uma granulometria fina e baixo percentual de resíduo deixaram as formulações mais vulnerável a trincas sob o ciclo realizado.

Os problemas causados por uma matriz que permite velocidades maiores em sua periferia, no qual resulta em defeitos causados pela diferença de compactação que as vezes só aparecem depois da secagem das peças. Muitos ceramistas têm o hábito de efetuar ajustes que induzem a uma velocidade ligeiramente maior na periferia do que no centro, efeito conhecido pelo termo “levemente chupado”. Este procedimento é utilizado para absorver variações de massa e de processo que poderiam levar à inversão destas velocidades, tendo uma velocidade maior no centro do que na periferia. Para Wieck e Duailibi FH (2013), quando a velocidade de secagem é alta, as consequências da adoção deste recurso são muito mais danosas que os benefícios à primeira vista, pois além da deformação na face da peça, a possibilidade do aparecimento de trincas de secagem por diferenças de retração é muito grande, caso não haja um bom controle de secagem. A Tabela 25 apresenta a análise de variância para as perdas de processo.

Tabela 25 - Análise de variância para o percentual de perda de processo

	Efeito			Erro			F	p	R ²
	SQ	v	MQ	SQ	v	MQ			
L	14130,02	2	7065,01	2172,85	7	310,41	22,76	0,001	0,87
Q	1867,82	3	622,61	305,03	4	76,26	8,16	0,04	0,98
C.E	227,07	1	227,07	77,97	3	25,99	8,74	0,06	1,00
C	73,42	2	36,71	4,55	1	4,55	8,07	0,24	1,00
T.A	16302,86	9	1811,43						

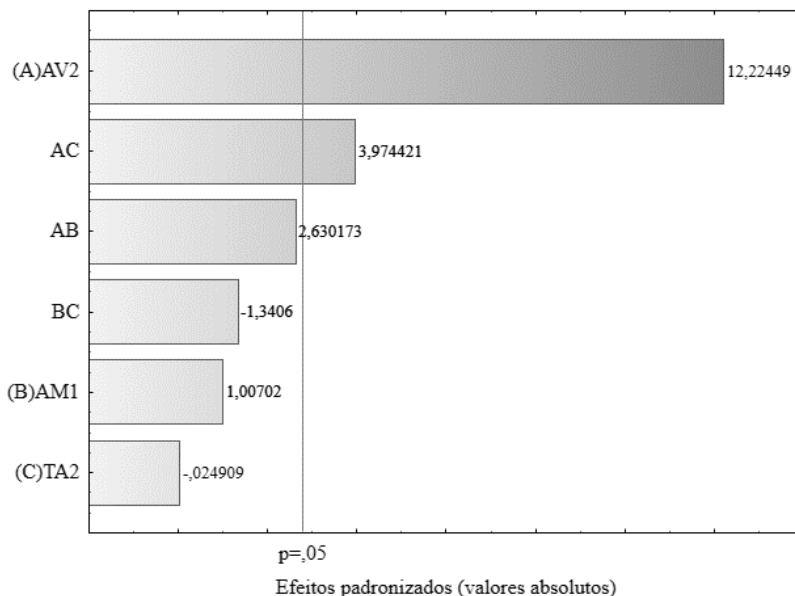
Onde: SQ: Soma dos quadrados; v: Variância (Graus de Liberdade); MQ: Médias quadráticas; F: F-valor; p: p-valor; R²: ajuste; L, Q, C.E, C e T.A, referem-se aos modelos Linear, Quadrático, Cubico especial, Cubico e Total ajustado respectivamente.

Fonte: Autor (2018)

A análise de variância apontou fator p com confiabilidade superior a 95 % para os modelos linear e quadrático, esse segundo com melhor ajuste experimental ($R^2 = 0,98$) foi escolhido. A análise completa pode ser observada no Apêndice D.

Com base no modelo apontado na análise de variância, realizou-se a plotagem do gráfico de *Pareto*, que pode ser observado na Figura 63.

Figura 63 - Gráfico de *Pareto* para a perda de processo.

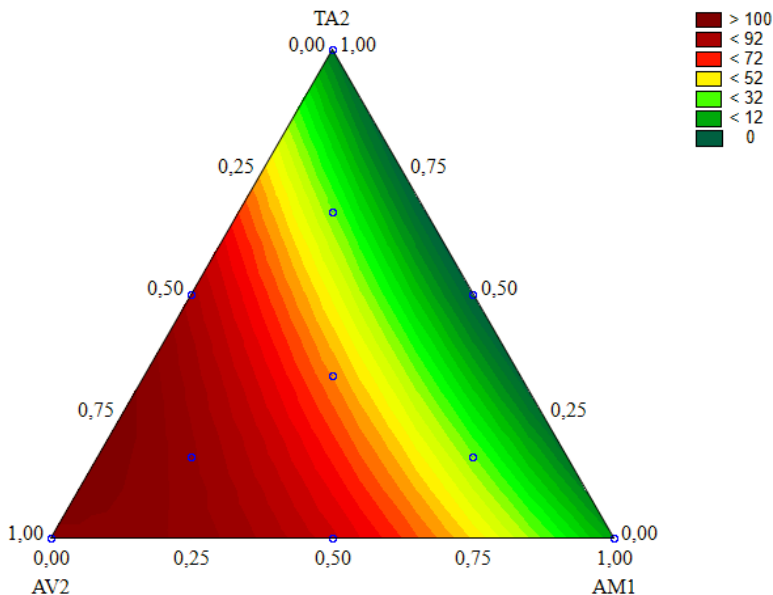


Fonte: Autor (2018)

A partir do diagrama de *Pareto*, plotado segundo o modelo proposto, é possível observar que o fator individual, ou variável independente AV2, apresentou significância estatística de 95 % sobre a perda de processo, bem como a mistura binária das variáveis AV2 e TA2. Portanto, a argila plástica apresentou maior significância estatística que a argila arenosa e o argilite em relação à perda de processo, mostrando que essa matéria prima foi de grande relevância no resultado final.

A partir da análise de variância foi gerada a superfície de resposta para a perda de processo, que pode ser observada na Figura 64.

Figura 64 - Superfície de resposta para a perda de processo.



Fonte: Autor (2018)

Com base na superfície apresentada, pode-se observar que a argila plástica teve grande influência no percentual de quebra durante a secagem. Os fatores mais impactantes para que isso possa ocorrer podem estar vinculados aos altos gradientes de umidade de conformação e baixo percentual de resíduo bruto, que minimizam a difusão da umidade, fazendo com que as peças com maior percentual de argila plástica entrem na zona seca (de secagem forçada rápida) com água de plasticidade, tendo alta retração ocasionando fissuras.

A equação de ajuste para o modelo quadrático, adotado para a perda de processo é apresentada pela equação 16.

$$P_p = +102,95 * x + 8,48 * y - ,21 * z + 102,09 * x * y + 154,27 * x * z - 52,04 * y * z \quad (\text{equação 16})$$

Onde:

P_p = Perda de processo (%)

x = AV2

y = AM1

z = TA2

6.2.1.10.2 Resíduo bruto

O teste de resíduo bruto, apresentado no item 6.2.1.1, é de fundamental importância para a análise de escoamento de umidade e minimização de perdas por secagem forçada. Os resultados, apresentados na Tabela 18, passaram pelo teste de variância que são apresentados na Tabela 26. A Figura 65 ilustra o gráfico de *Pareto* para esse teste.

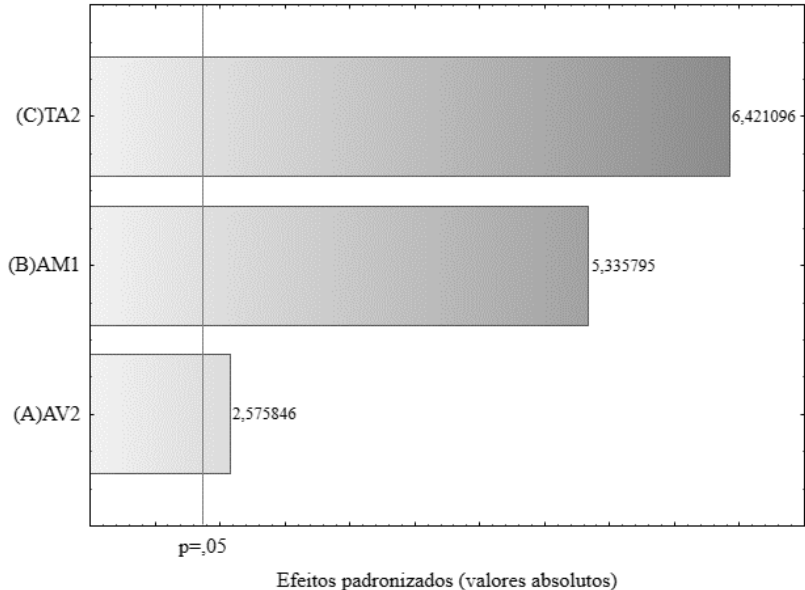
Tabela 26 - Análise de variância para o percentual de resíduo bruto

	Efeito			Erro			F	p	R ²
	SQ	v	MQ	SQ	v	MQ			
L	315,79	2	157,89	344,35	7	49,19	3,21	0,10	0,48
Q	179,41	3	59,80	164,94	4	41,23	1,45	0,35	0,75
C.E	49,07	1	49,07	115,86	3	38,62	1,27	0,34	0,82
C	97,68	2	48,84	18,18	1	18,18	2,69	0,40	0,97
T.A	660,14	9	73,35						

Onde: SQ: Soma dos quadrados; v: Variância (Graus de Liberdade); MQ: Médias quadráticas; F: F-valor; p: p-valor; R²: ajuste; L, Q, C.E, C e T.A, referem-se aos modelos Linear, Quadrático, Cubico especial, Cubico e Total ajustado respectivamente.

Fonte: Autor (2018)

Figura 65 - Gráfico de *Pareto* para a perda de processo.



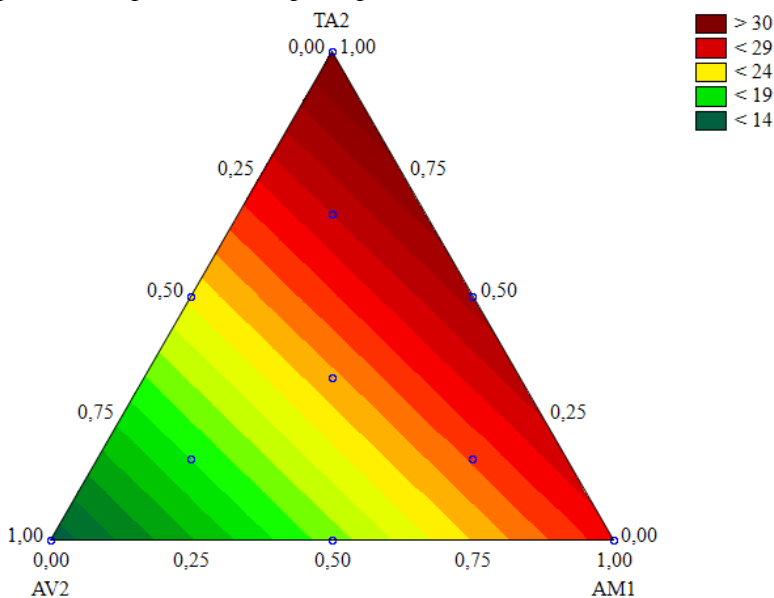
Fonte: Autor (2018)

A análise de variância apontou fator p com maior confiabilidade para o modelo linear. A análise completa está no Apêndice D.

A partir do diagrama de *Pareto* do resíduo bruto, plotado a partir do modelo proposto, é possível observar que os fatores individuais, ou variáveis independentes, apresentam significância estatística de 95 %. O argilito apresentou maior significância estatística em relação às argilas. A argila arenosa teve significância secundária, após o argilito, seguida da argila plástica.

A partir da análise de variância foi gerada a superfície de resposta para o resíduo bruto, que pode ser observado na Figura 66.

Figura 66 - Superfície de resposta para o resíduo bruto.



Fonte: Autor (2018)

Com base na superfície resposta, pode-se observar que a argila plástica apresentou baixo percentual de resíduo bruto, com grande probabilidade de ter causado menor difusão de umidade, e como consequência a perda de processo resultante do alto percentual de água de plasticidade nas peças que entraram na zona seca (da secagem forçada rápida). A equação de ajuste para o modelo linear, adotado para o resíduo bruto é apresentada pela equação 17.

$$RB = +13,33 * x + 27,62 * y + 33,23 * z \quad (\text{equação 17})$$

Onde:

RB = Resíduo bruto (%)

x = AV2

y = AM1

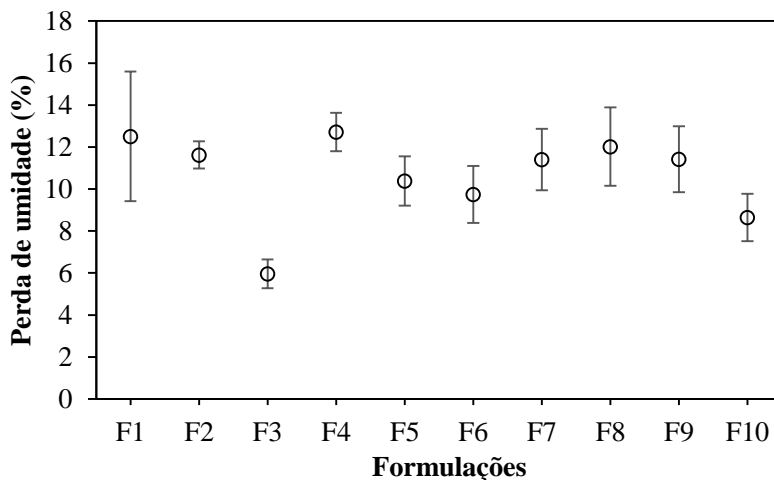
z = TA2

6.2.1.10.3 Perda de umidade

Foi avaliada a perda de umidade dentro da zona seca, ou seja, quanto de água de plasticidade as zonas iniciais não conseguiram retirar, sendo que na zona seca as peças devem entrar com baixa umidade para evitar a perda de água com velocidade, com possibilidade de perdas.

A Figura 67 apresenta o gráfico com os valores de perda de umidade na zona seca.

Figura 67 - Gráfico da perda de umidade na zona seca.



Fonte: Autor (2018)

Com base nos valores obtidos, a Tabela 27 apresenta a análise de variância para as perdas de umidade na zona seca.

Tabela 27 - Análise de variância para a perda de umidade na zona seca

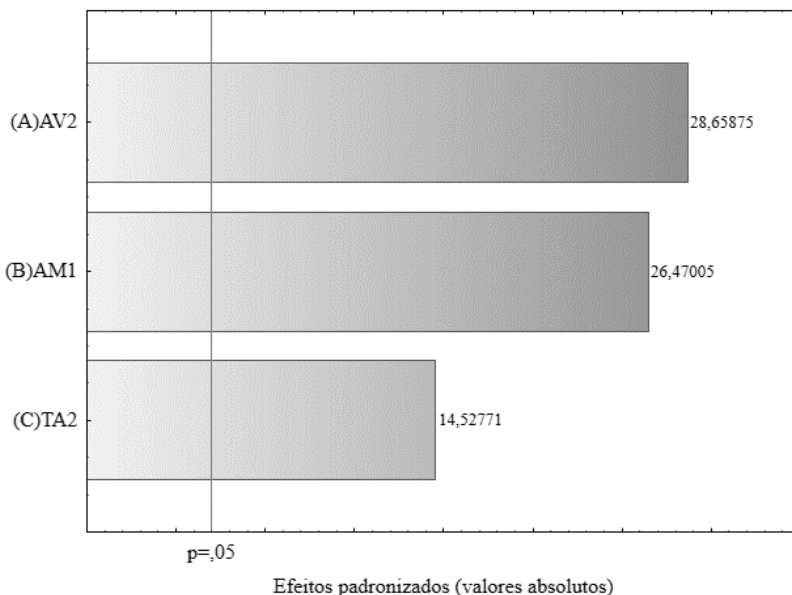
	Efeito			Erro			F	p	R ²
	SQ	v	MQ	SQ	v	MQ			
L	218,68	2	109,34	131,92	57	2,31	47,24	0,00	0,62
Q	11,49	3	3,83	120,43	54	2,23	1,72	0,17	0,66
C.E	0,01	1	0,01	120,42	53	2,27	0,00	0,96	0,66
C	0,10	2	0,05	120,32	51	2,36	0,02	0,98	0,66
T.A	350,60	59	5,94						

Onde: SQ: Soma dos quadrados; v: Variância (Graus de Liberdade); MQ: Médias quadráticas; F: F-valor; p: p-valor; R²: ajuste; L, Q, C.E, C e T.A, referem-se aos modelos Linear, Quadrático, Cubico especial, Cubico e Total ajustado respectivamente.

Fonte: Autor (2018)

A análise de variância apontou fator p com confiabilidade superior a 95 % para o modelo linear, com um ajuste experimental (R²) de 0,62 e maior fator F, sendo assim escolhido esse modelo. A análise completa pode ser observada no Apêndice D.

Com base no modelo apontado na análise de variância, realizou-se a plotagem do gráfico de *Pareto*, que pode ser observado na Figura 68.

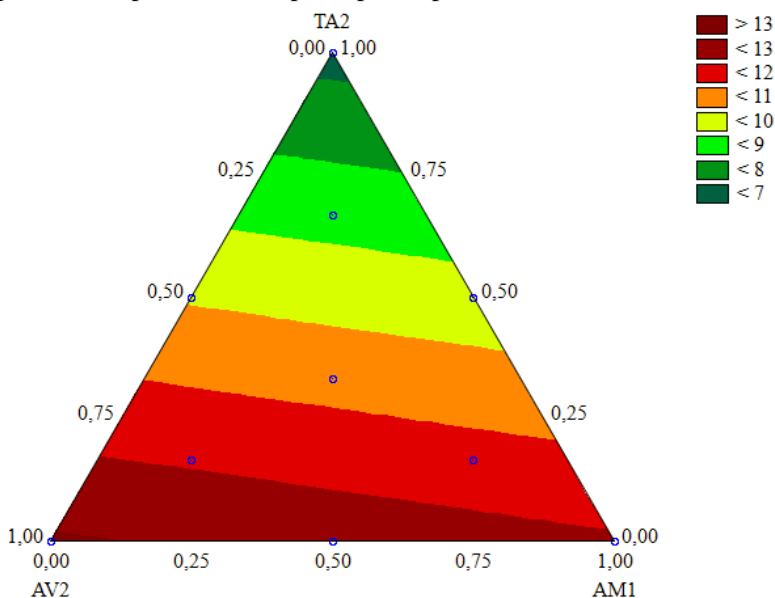
Figura 68 - Gráfico de *Pareto* para a perda de umidade na zona seca.

Fonte: Autor (2018)

A partir do diagrama de *Pareto* do resíduo bruto, plotado a partir do modelo proposto, é possível observar que os fatores individuais, ou variáveis independentes, apresentam significância estatística de 95 %. As argilas tiveram maior significância em relação ao argilito.

Com base na análise de variância foi gerada a superfície de resposta para a perda de umidade na zona seca, que pode ser observada na Figura 69.

Figura 69 - Superfície de resposta para a perda de umidade na zona seca.



Fonte: Autor (2018)

É possível observar pela superfície resposta, que a argila plástica apresentou maior perda de umidade ($> 13\%$) na zona seca, em seguida a argila arenosa (entre 12 e 13 %). Essas argilas apresentam maior percentual de umidade de conformação para ser retirado na zona seca, e parte corresponde à umidade de plasticidade, relativa à retração, proporcionando fissuras de secagem. A perda de umidade é associada ao percentual de umidade ideal de conformação, ao percentual de sílica livre e outros minerais inertes que auxiliam na difusão da água intersticial. A equação de ajuste para o modelo linear, adotado para a perda de umidade na zona seca é apresentada pela equação 18.

$$P_U = +13,13 * x + 12,13 * y + 6,66 * z \quad (\text{equação 18})$$

Onde:

P_U = Perda de umidade (%)

x = AV2

y = AM1

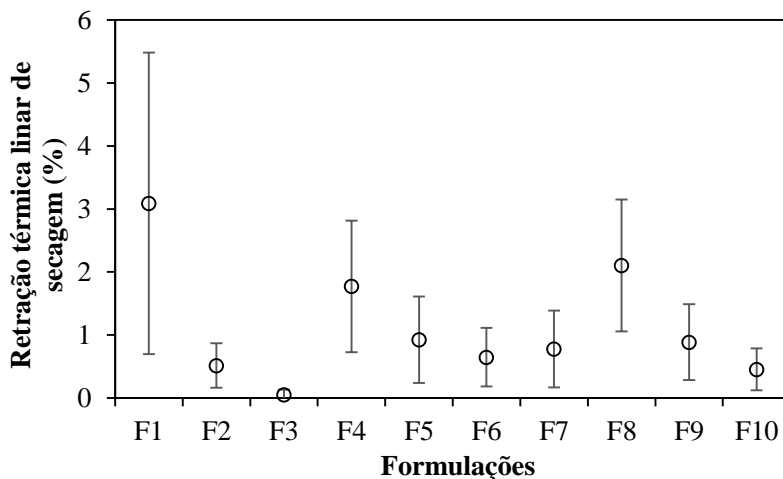
z = TA2

6.2.1.10.4 Retração térmica linear de secagem

Também foi avaliada a retração térmica linear de secagem dentro da zona seca, para da mesma forma que a perda de umidade, avaliar quanto a peça retraiu nas zonas antecedentes, e em paralelo a perda de água de plasticidade, para determinar quanto a peça retraiu na zona seca.

A Figura 70 apresenta o gráfico com os valores de retração térmica de secagem na zona seca.

Figura 70 - Gráfico da retração térmica linear de secagem na zona seca.



Fonte: Autor (2018)

Como observado anteriormente, um maior gradiente de retração na zona seca, ou seja, quando a secagem é forçada, é relacionado a maior percentual de perda.

Com base nos valores obtidos, a Tabela 28 apresenta a análise de variância para a retração térmica linear de secagem na zona seca.

Tabela 28 - Análise de variância para a retração térmica linear de secagem na zona seca

	Efeito			Erro			F	p	R²
	SQ	v	MQ	SQ	v	MQ			
L	7,08	2	3,54	0,58	7	0,08	42,64	0,0001	0,92
Q	0,46	3	0,15	0,12	4	0,03	5,20	0,07	0,98
C.E	0,03	1	0,03	0,09	3	0,03	0,88	0,42	0,99
C	0,04	2	0,02	0,05	1	0,05	0,35	0,77	0,99
T.A	7,66	9	0,85						

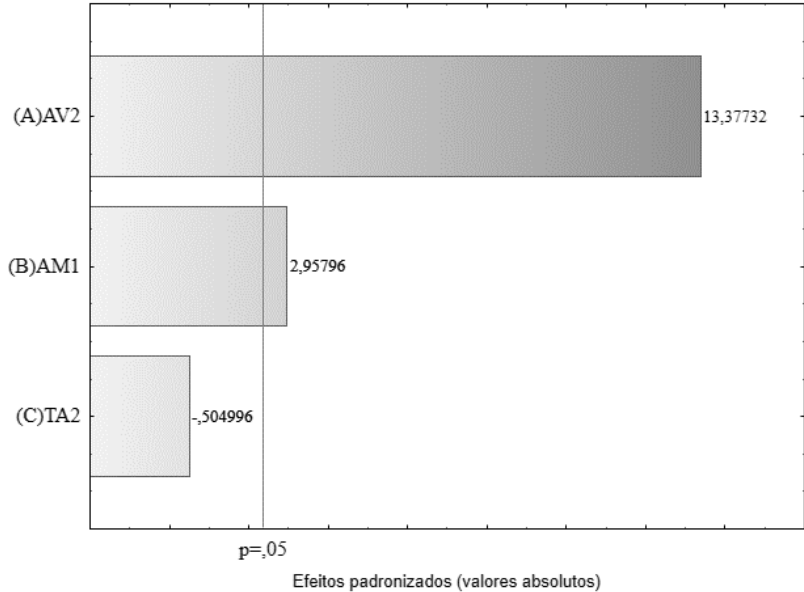
Onde: SQ: Soma dos quadrados; v: Variância (Graus de Liberdade); MQ: Médias quadráticas; F: F-valor; p: p-valor; R²: ajuste; L, Q, C.E, C e T.A, referem-se aos modelos Linear, Quadrático, Cubico especial, Cubico e Total ajustado respectivamente.

Fonte: Autor (2018)

A análise de variância mostra fator p com confiabilidade superior a 95 % para o modelo linear, com um ajuste experimental (R²) de 0,92, sendo assim escolhido esse modelo. A análise completa pode ser observada no Apêndice D.

Com base no modelo apontado na análise de variância, realizou-se a plotagem do gráfico de *Pareto*, que pode ser observado na Figura 71.

Figura 71 - Gráfico de *Pareto* da retração de secagem na zona seca.

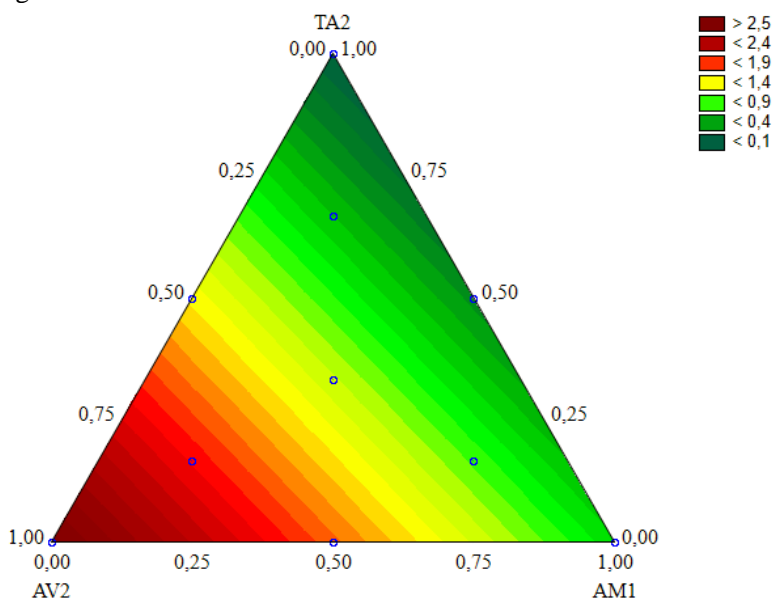


Fonte: Autor (2018)

A partir do diagrama de *Pareto* do resíduo bruto, plotado a partir do modelo proposto, é possível observar que os fatores individuais, ou variáveis independentes AV2 e AM1, apresentaram significância estatística de 95 %. Sendo que para esse parâmetro avaliado, a argila plástica teve maior significância em relação às demais matérias-primas.

Com base na análise de variância foi gerada a superfície de resposta para a retração térmica linear de secagem na zona seca, que pode ser observada na Figura 72.

Figura 72 - Superfície de resposta para a retração térmica linear de secagem na zona seca.



Fonte: Autor (2018)

Observa-se que o argilito praticamente não retraiu na zona seca, por não haver perda na secagem forçada. A argila plástica retraiu aproximadamente 3 %, devido a conter baixo percentual de resíduo bruto e alto teor de umidade, o que foi a provável causa do elevado percentual de perda. Muito embora a argila arenosa apresente um elevado percentual de perda de umidade na zona seca, esta não está relacionada à água de plasticidade, pois apresenta uma retração de aproximadamente 0,5 %, sendo praticamente estabilizada na zona neutra, o elevado percentual de resíduo bruto auxilia na difusão da água.

A equação de ajuste para o modelo linear, adotado para a retração térmica linear de secagem na zona seca é apresentada pela equação 19.

$$RTL_s = +2,84 * x + 0,63 * y - 0,11 * z \qquad \text{(equação 19)}$$

Onde:

RTL_s = Retração térmica linear de secagem (%)

x = AV2

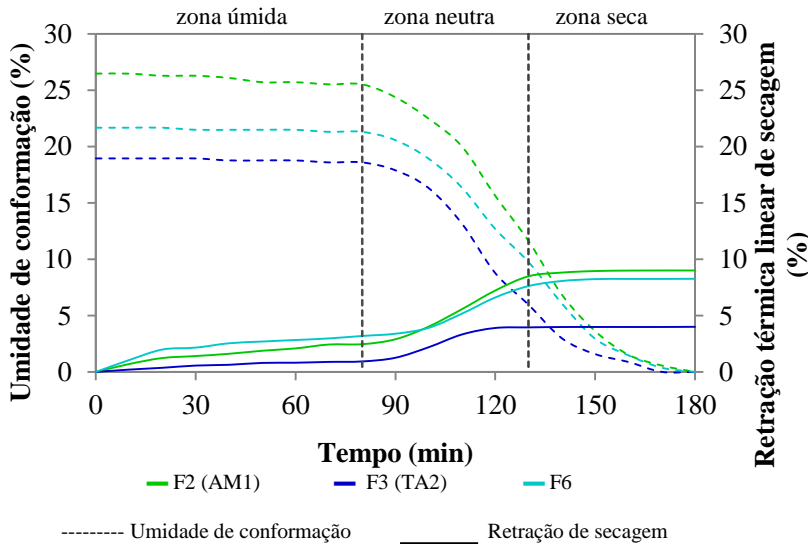
y = AM1

z = TA2

6.2.1.11 Interpretação dos resultados

É possível observar que a adição de argila plástica nas formulações foi determinante para o aumento de perdas durante o processo de secagem forçada, no ciclo rápido avaliado. As formulações com menores perdas de processo são aquelas que utilizam argilito e argila arenosa. A Figura 73 mostra o comportamento de secagem dessas argilas.

Figura 73 - Curva de secagem das formulações F2, F3 e F6, por secagem forçada de ciclo rápido.



Fonte: Autor (2018)

Observa-se no gráfico da curva de secagem que a perda de massa e a retração térmica linear de secagem foram praticamente nulas durante a zona úmida. Um fator determinante para evitar perdas é a entrada das peças na zona seca com a retração praticamente estabilizada, o que ocorreu para as formulações em questão. As trincas apareceram nas amostras das outras formulações durante a secagem na zona seca, pois entraram nesta região com elevado teor de umidade e apresentaram retração muito elevada.

Entre os fatores que afetam a secagem estão a granulometria, resíduo bruto e composição mineralógica das matérias-primas estudadas. A formulação F3, composta somente por argilito, apresentou os melhores resultados, muito embora seu diâmetro médio de partículas, 10 μm , seja similar a F1 (argila plástica), com 7,9 μm . A composição mineralógica do argilito apresenta pouco argilomineral, e o intervalo de tamanho de partículas inferiores a 2 μm de 13,6 % é resultado do processo de moagem, ao contrário da argila F1 que possui 17,1 % de fração argilosa.

A argila arenosa (F2) apresenta mais de 90 % da sua distribuição do tamanho de grãos maior que 2 μm , ou seja, na fração pertencente a silte e areia. Apresenta 18,3 % de resíduo bruto, ou seja, sílica livre. A sílica livre auxilia no escoamento da umidade, como mencionado anteriormente. A argila plástica F1, com menor teor de resíduo bruto resultou em 100 % de perda por formação de fissuras na secagem em ciclo rápido.

Com relação à mineralogia, o argilito não é um argilomineral, sendo necessária menor quantidade de água para se obter trabalhabilidade. Apresenta granulometria adequada devido à moagem, com distribuição proporcional de tamanhos de grãos pequenos ($< 2 \mu\text{m}$) e maiores ($> 2 \mu\text{m}$), resultando em um bom empacotamento durante conformação. As partículas maiores permitem o escoamento da umidade. A argila F2 (argila arenosa) é um folhelho, composto por moscovita, sendo assim classificada como uma argila ílítica. Embora seja necessário maior teor de umidade para sua trabalhabilidade, apresenta granulometria que permite o escoamento de umidade. Com adição de argilito apresentou melhor eficiência na eliminação de perdas de processo.

Em termos econômicos, o argilito é mais caro que as argilas. Segundo dados dos fornecedores, a tonelada de argilito custa R\$ 28,00 enquanto a argila custa aproximadamente R\$ 3,00 a tonelada. No cenário econômico atual, uma massa cerâmica viável deve utilizar menores teores de argilito, mesmo com melhores resultados de secagem.

7 CONCLUSÃO

A possibilidade de otimização do processo de secagem é factível utilizando-se as tecnologias atuais para o processo fabril de cerâmica vermelha.

Com relação aos resultados obtidos neste trabalho foi possível observar que a diferença entre a densidade e a porosidade aparente das amostras foi mínima quando secas com ciclo rápido se comparadas à secagem lenta, mostrando que não houve alteração nessas propriedades, independentemente do processo utilizado.

Com relação ao comportamento mecânico, as formulações contendo argila plástica tenderam a uma menor resistência, quando comparadas às amostras ensaiadas após secagem lenta. Teores acima de 50 % de argila plástica na formulação resultaram em perdas por fissuras acima de 80 % na secagem forçada de ciclo rápido. Mesmo teores decrescentes de argila plástica nas demais formulações resultaram em perda significativa. Apenas as formulações com 0 % de adição de argila plástica apresentaram perdas por fissuras reduzidas. O argilito resultou em formulações com resistência mecânica a seco mínima quando utilizado individualmente ou em blendas com a argila arenosa. Ou seja, a presença de argila plástica nas formulações diminuiu a resistência mecânica à compressão das amostras avaliadas, provavelmente devido à formação de microtrincas durante a secagem forçada.

A argila arenosa apresentou umidade similar à da argila plástica, sem perdas de processo significativas causadas por fissuras, mostrando que a quantidade de água usada para trabalhabilidade não foi um fator determinante para a secagem rápida.

Foi possível observar que as argilas com maiores teores de resíduo bruto, mesmo com a presença de argila plástica, resultaram em fissuras menores, ou seja, o maior teor de sílica livre auxiliou no escoamento da umidade e não causou maior número de trincas.

O estudo em questão mostrou que, para o ciclo proposto, a argila plástica não é adequada, muito embora, exista a possibilidade de usar tais argilas na secagem rápida, desde que o ciclo seja apropriado para o comportamento apresentado, ou seja, a amostra entre na zona seca com mínima retração térmica linear de secagem e com o menor teor de umidade relativa, minimizando assim as perdas por fissuras.

Portanto, para o ciclo proposto, de 3 horas de secagem, com 80 min de zona úmida, 50 min de zona neutra e 50 min de zona seca, são necessárias blendas de argila arenosa e argilito. Para otimizar os custos,

devido ao preço elevado dos argilitos, pode-se trabalhar com percentuais menores desse material, e incorporando maiores teores de argila arenosa.

REFERÊNCIAS

ABC [Associação Brasileira de Cerâmica], **Anuário Brasileiro de Cerâmica**, São Paulo - SP, 53 p. 1979.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15270-1: Componentes cerâmicos, Parte 1: Blocos e tijolos para alvenaria – Requisitos**, Rio de Janeiro - RJ, 26 p. 2017a.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15270-2: Componentes cerâmicos, Parte 2: Blocos e tijolos para alvenaria – Métodos de ensaio**, Rio de Janeiro - RJ, 29 p. 2017b.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-1: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 1: Requisitos gerais**, Rio de Janeiro – RJ, 71 p. 2013a.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-2: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 2: Requisitos para os sistemas estruturais**, Rio de Janeiro – RJ, 31 p. 2013b.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-3: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 3: Requisitos para os sistemas de pisos**, Rio de Janeiro – RJ, 42 p. 2013c.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-4: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 4: Requisitos para os sistemas de vedações verticais internas e externas - SVVIE**, Rio de Janeiro – RJ, 63 p. 2013d.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-5: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 5: Requisitos para os sistemas de coberturas**, Rio de Janeiro – RJ, 73 p. 2013e.

ABNT [Associação Brasileira de Normas Técnicas], **NBR 15575-6: Edificações Habitacionais - Desempenho, Parte 6: Requisitos para os sistemas hidrossanitários**, Rio de Janeiro – RJ, 32 p. 2013f.

ACS [American Ceramic Society] **Committee on Geological Surveys of the American Ceramic Society**, Bull. Amer. Ceram. Soc. 18, 213, 1939.

AICE [Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas] y ITC [Instituto de Tecnología Cerámica]. **Manual para el Control de la Calidad de Materias primas Arcillosas**. Valência. Espanha, 168 p., 1992.

ALBERS, A.P.F., MELCHIADES, F.G., MACHADO, R., BALDO, J.B., BOSCHI, A.O. **Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X**. Cerâmica, 48 (305), p.34-37, 2002.

ALMEIDA, G.S. **Simulação e experimentação da secagem de cerâmica vermelha em sistemas térmicos industriais**. Tese, Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-PB, 189 p., 2009.

ALVAREZ, F.B. **Cerâmicas: Secado**. Escuela de Ingeniería de Minas, Energía y Materiales de Oviedo, Universidad de Oviedo - UNIOVI, Oviedo, España. 15p., 2013.

ALVAREZ, J.A.S. **Alvenarias e Argamassas anteriores ao Império Romano**. In: APFAC, 2º Congresso Nacional de Argamassas de Construção, Lisboa. 2007.

ALESC [Assembleia Legislativa do Estado de Santa Catarina]. **Documentário Contará a História da Cerâmica Vermelha**. Diário Catarinense, Florianópolis, 18 dez. p. 42-43, 2012.

ANDRADE, R.A., MEDEIROS, R.R., CAMPOS, L.F.A., FERREIRA, H.S., MENEZES, R.R., NEVES, G.A., FERREIRA, H.C. **Influência da expansão por umidade no comportamento mecânico de argilas para uso em blocos de cerâmica vermelha – revisão**, Cerâmica, 57, p.329-337, 2011.

ANDREANI, S., DEL CASTILLO, J.L.G., JYOTI, A., KING, N., BECHTHOLD, M. **Flowing Matter**: Robotic fabrication of complex ceramic systems. Gerontechnology, v. 11, n. 2, 2012.

AOUBA, L., BORIES, C., COUTAND, M., PERRIM, B., LEMERCIER, H. **Proprieties of fired clay bricks with incorporated biomasses: Case of olive stone flour and wheat straw residues**. Construction and Building Materials, v. 102, pp. 7-13, 2016.

ARAB, P.B., ARAÚJO, T.P., PEJON, O.J. **Identification of clay minerals in mixtures subjected to differential thermal and thermogravimetry analyses and methylene blue adsorption tests.** Applied Clay Science, 114, p. 133–140, 2015

ARAGÃO, A.P. **Modelagem e simulação computacional de processos produtivos: o caso da cerâmica vermelha de Campo dos Goytacazes, RJ.** Dissertação, Centro de Ciência e Tecnologia. Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, Campo dos Goytacazes-RJ, 126p. 2011.

ARSENOVIĆ, M.V., PEZO, L.L., RADOJEVIĆ, Z.M., STANKOVIĆ, S.M. **Serbian heavy clays behavior:** Application in rough ceramic. Hem. Ind. V. 67 (5) p. 811–822, 2013.

ATCHOLI, K.-E., PADAYODI, E., VANTOMME, J., KADJA, K., PERREUX, D. **Experimental study of the drying and modelling of the humidity migration in a clay matrix.** Int. J. Simul. Multidisci. Des. Optim. 2, p. 91–97, 2008.

AUNGATICHART, P. & WADA, S. **Correlation between Bigot and Ratzenberger drying sensitivity indices of red clay from Ratchaburi province (Thailand).** Applied Clay Science, 43, p. 182–185, 2009.

BARBOSA, M.I.R. **Bentonitas aditivadas com polímeros para aplicação em fluídos de perfuração.** Dissertação. Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Campo Grande-PB, 98p., 2006.

BARROS NETO, B., SCARMINIO, J.S., BRUNS, R.E. **Planejamento e otimização de experimentos**, 2a Edição. Editora UNICAMP, Campinas, SP. 300p. 2001.

BARSOUM, M.W; **Fundamentals of Ceramics.** Ed. Taylor & Francis Group LLC, New York, NY, USA, 603 p., 2003.

BASTEN, M. **Die Nachfrage nach Primär-und Sekundärrohstoffen der Steine-und-Erden-Industrie bis 2035 in Deutschland,** Bundesverband Baustoffe – Steine und Erden e.V., Berlin, 51 p., 2016.

BEAR, F.E. **Chemistry of the Soil**, 2nd ed. Reinhold Publishing, New York. 515p., 1965.

BELTRAN, V., FERRANDO, E., GARCÍA, J., & SÁNCHEZ, E. **Extruded rustic floor tile. I: Impact of the composition on the body's behaviour in the prefiring process stages.** *Tile & brick international*, 11(3), p. 169-176, 1995.

BENDER, W., BÖGER, H.H. **A Short History of the Extruder in Ceramics.** In: HÄNDLE, Frank. *Extrusion in Ceramics*. Springer Berlin Heidelberg, pp.33-36, 2007.

BETINI, D.G. **Inovação na tecnologia de produtos de cerâmica vermelha com uso de chamote em São Miguel do Guamá.** Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Pará – UFPA, Belém-PA, 145 p., 2007.

BIA [*Brick Industry Associaton*], **2008 Annual Brick Industry Report**, disponível na internet em: www.gobrick.com, acesso em 24 de novembro de 2016.

BIGOT, A., **Chimic physique. Retrait au Séchage des kaolines et des argiles.** *Comptes des séances de l'Académie des Sciences*. v. 172, p.755-788, 1921.

BORMANS, P. **Ceramics are more than clay alone**, Cambridge International Science Publishing, 320 p., 2003.

BORTOLIN, M. Novo momento para a cerâmica vermelha. **Diário de Notícias**, Criciúma, SC, 24 nov. 2015, *Economia*, p. 14-16, 2015a.

BORTOLIN, M. Modernização melhora qualidade e amplia produção. **Diário de Notícias**, Criciúma, SC, 25 nov. 2015, *Economia*, p. 12-13, 2015b.

BORTOLIN, M. Cerâmica Artística: a menina dos olhos. **Diário de Notícias**, Criciúma, SC, 26 nov. 2015, *Economia*, p. 14-15, 2015c.

BRADY, N.C. & WEIL, R.R. **Elements of the nature and properties of soils**. 3rt edition, Pearson Education, Inc., Prentice Hall, 714 p., 2010.

BRASIL, MME [Ministério de Minas e Energia] **Anuário Estatístico: Setor Transformação Não Metálicos/ Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral**. Brasília, DF: SGM, 116 p., 2015.

BRASIL, MME [Ministério de Minas e Energia] **Anuário Estatístico: Setor Transformação Não Metálicos/ Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral**. Brasília, DF: SGM, 104 p., 2010.

BROSNAN, D.A. & ROBINSON, G.C. **Introduction to drying of ceramics**. The American Ceramic Society. Westerville, Ohio, USA, 253p., 2003.

BUSTAMANTE, G.M. & BRESSIANI, J.C. **A indústria cerâmica brasileira**. Cerâmica Industrial, 5 (3), p. 31-36, 2000

CABRAL JUNIOR, M., CRUZ, T.T., TANNO, L.C. **Central de Massa: uma alternativa para o aprimoramento do suprimento de matéria-prima à indústria de cerâmica vermelha**. Cerâmica Industrial, 14 (5/6), p. 11-19, 2009.

CABRAL JUNIOR, M., GAMBA, C.T.C., TANNO, L.C., ALMEIDA, A.S., DA CRUZ, T.T. **Potencial das Reservas de Argila para o Suprimento do Polo Cerâmico de Santa Gertrudes – SP: Onde o Recurso Mineral faz a Diferença**. Cerâmica Industrial, 18 (2), p. 10-16, 2013.

CABRAL JUNIOR, M., MOTTA, J.F.M., ALMEIDA, A.S., TANNO, L.C., **Argilas para Cerâmica Vermelha**. In: DA LUZ, A.B., LINS, F.F. *Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações*. CETEM-MCD – Centro de Tecnologia Mineral, Ministério da Ciência e da Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ, p. 583-605, 2005.

CABRAL JUNIOR, M., TANNO, L.C., SINTONI, A., MOTTA, J.F.M., COELHO, J.M. **A Indústria de Cerâmica Vermelha e o Suprimento Mineral no Brasil: Desafios para o Aprimoramento da Competitividade**. Cerâmica Industrial, v. 17 (1), pp. 36-42, 2012.

CAMARA, V.F., LISBOA, H.M., HOINASKI, L., DAVID, P.C. **Levantamento das emissões atmosféricas da indústria da cerâmica vermelha no sul do estado de Santa Catarina, Brasil**. Cerâmica, v.61, p. 213-218, 2015.

CAMPBELL, J.W.P., PRYCE, W. **Brick: A World History**, Publisher: Thames & Hudson, First Edition, 320 p., 2003.

ÇIÇEK, T., ÇINÇIN, Y. **Use of fly ash in production of light-weight building bricks.** Construction and Building Materials v. 94, p. 521–527, 2015.

CHAVES, L.F.M. **Estudo da adição de resíduo proveniente da extração de minério de ferro em argilas do Rio Grande do Norte.** Tese, Programa de Pós-Graduação, do Centro de Ciências Exatas e da Terra. Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Natal-RN, 167p. 2009.

COELHO, A.C.V., SANTOS, P.S. & SANTOS, H.S. **Argilas especiais: o que são, caracterização e propriedades.** Química Nova, 30 (1), p. 146-152, 2007.

COLETTI, C., CULTRONE, G., MARITAN, L., MAZZOLI, C. **How to face the new industrial challenge of compatible, sustainable brick production: Study of various types of commercially available bricks,** Applied Clay Science, *Article in press*, 2016.

CONCEIÇÃO, E.S. **Influência da distribuição granulométrica no empacotamento de matérias-primas na formulação de porcelânicos.** Dissertação, Programa de Pós-Graduação do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, 105p., 2011.

CONSTANTINO, D.R.P. **Desenvolvimento de um Protótipo para Determinar o Índice de Plasticidade por Força de Indentação.** Trabalho de conclusão de curso, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade do Extremo Sul Catarinense - Unesc, 79p., 2007.

CORNELL, J.A. **Experiments with mixtures:** Designs, models and the analysis of mixtures data. 3rd edition, New York, John Wiley & Sons, p.680, 2002.

CORRÊA, M.R.S. **The evolution of the design and construction of masonry buildings in Brazil.** Gestão e Tecnologia de Projetos, V. 7, nº 2, São Carlos-SP, p. 3-11, 2012.

CORREIA, S.L., BLOOT, E.L., FOLGUERAS, M.V., & HOTZA, D. **Chemical, mineralogical and ceramic properties of clays from**

Northern Santa Catarina, Brazil. 53 Brazilian congress on ceramics, Brazil, 2009.

CROZETTA, J.R., NANDI, V.S., ROSSO, F., ZACCARON, A., NIERO, D.F. **Influência da tamanhos de partículas na plasticidade e retração de secagem das argilas.** Cerâmica Industrial, vol. 21 (1), p.21-29, 2016.

CUSIDÓ, J.A., CREMADES, L.V., SORIANO, C., DEVANT, M. **Incorporation of paper sludge in clay brick formulation: Ten years of industrial experience.** Applied Clay Science v. 108, p. 191–198 , 2015.

DA LUZ, A. B., SAMPAIO, J.A., DE ALMEIDA, S.L.M. **Tratamento de Minérios**, 4ª Ed. CETEM-MCT – Centro de Tecnologia Mineral - Ministério da Ciência e Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ, 858 p. 2004.

DAL BÓ, M., BARBETTA, P.A., HOTZA, D. **Utilização de Resíduos da Indústria de Revestimentos Cerâmicos na Fabricação de Refratários Triaxiais.** Cerâmica Industrial, 12 (1/2), p.42-46, 2007

D'ANNA, G. **Osservatorio Laterizi 2014.** Centro Studi ANDIL [Associazione Nazionale degli Industriali dei Laterizi], 7 p., 2014.

DEBOUCHA, S. & HASHIM, R. **A review on bricks and stabilized compressed earth blocks.** Scientific Research and Essays Vol. 6(3), pp. 499-506, 2011.

DE JESUS, J.A. **A indústria de cerâmica vermelha: Relações de trabalho e a retórica da sustentabilidade.** Dissertação, Programa de pós-graduação em Geografia. Universidade Federal de Sergipe – UFSE, São Cristóvão-SE, 166p. 2013.

DE SANTIS, B.C. **Agregado leve de argila calcinada para uso em concreto estrutural: viabilidade da cerâmica vermelha do Estado de São Paulo.** Dissertação, Instituto de Arquitetura e Urbanismo de São Carlos. Universidade de São Paulo – USP, São Carlos-SP, 132p. 2012.

DONDI, M., RAIMONDO, M., ZANELLI, C. **Clays and bodies for ceramic tiles: Reappraisal and technological classification.** Applied Clay Science v. 96, p. 91–109 , 2014.

DONDI, M. **Caracterização Tecnológica dos materiais argilosos: métodos experimentais e interpretação dos dados.** Cerâmica Industrial, 11 (3), p. 36-40, 2006.

DUTRA, R.P.S., VARELA, M.L., NASCIMENTO, R.M., GOMES, U.U., PASKOCIMAS, C.A., DE MELO, P.T. **Avaliação da Potencialidade de Argilas do Rio Grande do Norte – Brasil.** Cerâmica Industrial, 11 (2) p. 42-46, 2006.

EL-ZAHAR, A.A., AWWAD, N.S., EL-KATORI, E.E. **Removal of bromophenol blue dye from industrial waste water by synthesizing polymer-clay composite.** Journal of Molecular Liquids, v. 199, p. 454-461, 2014.

ELICHE-QUESADA, D., SANDALIO-PÉREZ, J.A., MARTÍNEZ-MARTÍNEZ, S., PÉREZ-VILLAREJO, L., ÁNCHEZ-SOTO, P.J. **Investigation of use of coal fly ash in eco-friendly construction materials: fired clay bricks and silica-calcareous non fired bricks.** Ceramics International, v. 44 (4) pp. 4400-4412, 2018.

ELYSEU, F. **Desenvolvimento de cerâmica vermelha por monoqueima rápida a partir de massas compostas por argilominerais.** Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais - PPGCEM. Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC, Criciúma/SC, 126p., 2014.

EMBRAPA [Empresa Brasileira De Pesquisa Agropecuária]. **Levantamento de reconhecimento dos solos do Estado do Espírito Santo.** Boletim Técnico, 45, Rio de Janeiro, RJ. 461 p., 1978.

EMILIANI, T. **La Tecnologia dela cerâmica.** Faenza – Fratelli Lega Editori. Itália, 318 p., 1971.

ESLINGER, E., **Properties In:** Clay Minerals for Petroleum Geologists and Engineers (Short Course Notes Ser.: No. 22), PEVEAR, D.R. (Ed.), Publisher: Sepm Society for Sedimentary Geology, 428 p., 1988.

ESTRADA, D.A., ESPINOSA DE LOS MONTEIROS, J. **El Secado de los productos cerámicos.** Bol.Soc.Esp.Ceram.Vidr., vol. 21 (6), p. 327-337, 1982.

FABRIS, I.L. **Processamento químico do minério talco-silicato de magnésio visando redução dos compostos de ferro**. Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC, Florianópolis, SC, 85p., 2006.

FACINCANI, E. **Tecnologia ceramica** – I laterizi. Gruppo Editoriale Faenza Editrice. Faenza, Italia. 2ª edizione. 267p., 1992.

GOMES, C.F. **Argilas. O que são e para que servem**. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 457 p., 1986.

GUALTIERI, AF, RICCHI, A., LASSINANTTI GUALTIERI, M., MARETTI, S., TAMBURINI, M. **Kinetic study of the drying process of clay bricks**, J Therm Anal Calorim, 123 (1) p. 153-167, 2016.

HÄNDLE, F. (Ed.). **Extrusion in ceramics**. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 413p. 2007.

HEIERLI, U., MAITHEL, S. **Brick by brick** : the herculean task of cleaning up the asian brick industry, Swiss Agency for Development and Cooperation (SDC), Natural Resources and Environment Division, Berne, 131 p., 2008.

HENRIQUES JÚNIOR, M.F., SCHWOB, M.R.V., FERREIRA JÚNIOR, J.A., TAPIA, R.C. **Manual de Conservação de Energia na Indústria de Cerâmica Vermelha**. Rio de Janeiro: INT/MCTI, 39p., 1993.

HENRIQUES JÚNIOR, M.F., SCWOB, M.R.V., RODRIGUES, J.A.P. **Manual de fornor eficientes para a industria de cerâmica vermelha**. 2ª edição, Rio de Janeiro: INT/MCTI, 80p., 2015.

HISPALYT [Asociación Española de Fabricantes de Ladrillos y Tejas de Arcilla Cocida] **Estadísticas del sector**, disponível na internet em: www.hispalyt.es/estadistica.asp?any=2015&tipo=Empresas&id_rep=3315, acesso 21 de novembro de 2016.

HOLTZ, R.D. & KOVACS, W.D. **An introduction to geotechnical Engineering**. Prentice-Hall, Inc. New Jersey-USA, 1981.

IBGE [Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística]. **Censo Demográfico 2010**. Brasília, 2010. Disponível em: <www.ibge.gov.br> acesso em 23 de novembro de 2016.

INMETRO [Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia], **Regulamentação técnica para componentes cerâmicos para alvenaria**. Portaria nº 558, de 19 de novembro de 2013.

INOCENTE, J.M., NANDI, V.S., ROSSO, F., OLIVEIRA, A., ZACCARON, A. **Study for vitreous waste recovery in the formulation of heavy clay ceramic**. Material Sci & Eng Int J, 1 (2), p. 1-5, 2017.

JOHARI, I., SAID, S., HISHAM, B., BAKAR, A., AHMAD, Z.A. **Effect of the Change of Firing Temperature on Microstructure and Physical Properties of Clay Bricks from Beruas (Malaysia)**. Science of Sintering, 42, p. 245-254, 2010.

KAMYOTRA, J.S. **Brick Kilns in India**. Presentation in Central Pollution Control Board at Anil Agarwal Dialogue 2015: Poor in climate change, India Habitat Centre, New Delhi, March 11 – 12, 2015.

KAZMI, S.M.S., ABBAS, S., SALEEM, M.A., MUNIR, M.J., KHITAB, A. **Manufacturing of sustainable clay bricks: Utilization of waste sugarcane bagasse and rice husk ashes**. Construction and Building Materials, 120, p. 29–41, 2016.

KINGERY, W.D., BOWEN H.K., UHLMANN D.R. **Introduction to ceramics**. 2ª ed. John Wiley & Sons; 1056 p., 1976

KOMATSU, D., OTAGURO, H., & RUVOLO FILHO, A.C. **Avaliação Comparativa entre os Nanocompósitos de Argila Motmorilonita/LLDPE e com Hexaniobato de Potássio/LLDPE: Caracterização das Propriedades Mecânicas e de Transporte**. Polímeros, vol. 24, n. 1, p. 37-44, 2014.

KORNMANN, M. **Clay Bricks and Roof Tiles: Manufacturing and Properties**. Société de l'Industrie Minérale, Paris, 308 p., 2007.

KUMBHAR, S., KULKARNI, N., RAO, A.B., RAO, B. **Environmental Life Cycle Assessment of Traditional Bricks in**

Western Maharashtra, India, In: 4th International Conference on Advances in Energy Research 2013, ICAER 2013. Energy Procedia, v. 54, p. 260 – 269, 2014.

LANCELLOTTA, R. **Geotechnical Engineering**, Second Edition, CRC Press, Textbook - 520 p. 2008.

LIMA, C.C. **A matéria como significado: a relação entre técnica cerâmica e mitologia em diferentes culturas. In:** Congresso Nacional das Artes do Fogo, 2012, São Paulo. Contaf 2012 - Congresso Nacional para técnicas das Artes do Fogo. São Paulo, 2012.

LIU, L. **Historical anthropogenic emissions of carbon monoxide, 1850 – 2000**. Thesis, Master of Science in Environmental Engineering in Civil Engineering. University of Illinois at Urbana-Champaign – UIUC, Urbana, Illinois. 74 p., 2012.

LORYUENYONG, V., PANYACHAI, T., KAEWSIMORK, K., SIRITAI, C. **Effects of recycled glass substitution on the physical and mechanical properties of clay bricks**. Waste Management v. 29, n. 10, p. 2717–2721 , 2009.

MACCARI, I.M.S. **Morro da Fumaça: Passado e Presente**. Morro da Fumaça -SC. Editora Soller, 58 p., 2005.

MACEDO, R.S., MENEZES, R.R., NEVES, G.A., FERREIRA, H.C. **Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha**. Cerâmica, v.54, n.332, p. 411-417, 2008.

MACIEL, D.S.C. e FREITAS, L.S. **Análise do Processo Produtivo de uma Empresa do Segmento de Cerâmica Vermelha à Luz da Produção Mais Limpa**. Revista Produção Online, Florianópolis, SC, v.13, n. 4, p. 1355-1380, 2013.

MAFRA, A.T. **Proposta de indicadores de desempenho para a indústria de cerâmica vermelha**. Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção. Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis/SC, 113p., 1999.

MAIA DE SOUZA, D., LAFONTAINE, M., CHARRON-DOUCET, F., CHAPPERT, B., KICAK, K., DUARTE, F., LIMA, L. **Comparative life cycle assessment of ceramic brick, concrete brick and cast-in-**

place reinforced concrete exterior walls, Journal of Cleaner Production, v. 137, p. 70–82, 2016.

MALAIŠKIENE, J.; MAČIULAITIS, R.; MIKALAUŠKAITE, R. **Possibilities to recycle auto glass waste in building ceramics**. Journal of Environmental Engineering and Landscape Management v. 22, n. 1, p. 37–41, 2014.

MÁS, E. **A Queima Cerâmica Forno a Forno**. São Paulo, SP, Brasil, Polo Produções, 99p. 2005.

MASSEI, R. **As Transformações Técnicas e o Impacto Ambiental Provocado pela Cerâmica Estrutural no Brasil e em Portugal**. In: XI Jornadas Latino-Americanas de Estudos Sociais da Ciência e da Tecnologia, UTFPR, Curitiba, PR. ESOCITE 2016.

MATTOS, C.M. **Propriedades físicas de solos cauliniticos coesos do município de Aracruz, ES**. Dissertação, Universidade de São Paulo – USP, Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, SP. 73p., 1979.

MEDEIROS, E.N.M. **Uso da técnica de planejamento experimental para otimização de massa cerâmica com a incorporação de resíduos de cinza de casca de arroz, cinza de lenha e lodo de ETA**. Tese, Universidade de Brasília – UnB, Faculdade de Tecnologia, Brasília, DF. 166p., 2010.

MEIRA, J.M.L. **Argilas: O que são, suas propriedades e classificações**. Comunicações Técnicas: Visa Consultores. 7p., 2001.

MELCHIADES, F.G., NETO, C.L., ALVES, H.J., BOSCHI, A.O. **Formulação de Fritas Cerâmicas com Auxílio da Técnica de Planejamento Estatístico de Experimentos**. Cerâmica Industrial, 14 (3), p. 23-29, 2009

MELLO, J.M., COUTO, E.G., AMORIM, R.S.S., CHIG, L.A., JOHNSON, M.S., LOBO, F.A. **Dinâmica dos atributos físico-químico e variaçõesazonal dos estoques de carbono no solo em diferente fitofisionomias do Pantanal norte Mato-Grossense**. Revista Árvore, Viçosa-MG, v.39, n.2, p.325-336, 2015.

MELO, V.F., SCHAEFER, C.E.G.R., SINGH, B., NOVAIS, R.F., FONTES, M.P.F. **Propriedades químicas e cristalográficas da caulinita e dos óxidos de ferro em sedimentos do grupo barreiras no município de aracruz, estado do espírito santo.** R. Bras. Ci. Solo, 26, p.53-64, 2002.

MESEGUER, S., PARDO, F., JORDAN, M.M., SANFELIU, T., GONZÁLEZ, I. **Ceramic behaviour of five Chilean clays which can be used in the manufacture of ceramic tile bodies,** Appl. Clay Sci. v.47, p. 372–377, 2010.

MINEROPAR [Minerais do Paraná] **A preparação de argilas para a produção de telhas e blocos cerâmicos.** Pro-cerâmica - Programa de Desenvolvimento da Indústria de Cerâmica Vermelha no Estado do Paraná. Curitiba – PR, 33 p., 2007.

MIRANDA-TREVINO, J.C., COLES, C.A. **Kaolinite properties, structure and influence of metal retention on pH.** Applied Clay Science, 23, p. 133 – 139, 2003.

MONTEIRO, S.N., ALEXANDRE, J., MARGEM, J.I., SÁNCHEZ, R., VIEIRA, C.M.F. **Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic.** Construction and Building Materials v. 22, n. 6, p. 1281–1287 , 2008.

MONTGOMERY, D.C. **Design and analysis od experiments.** 8th edition, John Wiley & Sons, Inc. 757p., 2013.

MORAIS, A.S.C., VIEIRA, C.M.F., RODRIGUEZ, R.J.S., MONTEIRO, S.N. **Fluorescent Lamp Glass Waste Incorporation into Clay Ceramic: A Perfect Solution.** JOM, Volume 68, Issue 9, pp 2425–2434, 2016.

MORAIS, D.M. & SPOSTO, R.M. **Propriedades Tecnológicas e Mineralógicas das Argilas e suas Influências na Qualidade de Blocos Cerâmicos de Vedação que Abastecem o Mercado do Distrito Federal.** Cerâmica Industrial, 11, (5/6) p. 35-38, 2006.

MOREAL, A.M.S.S., COSTA, L.M., KER, J.C., GOMES, F.H. **Gênese de horizonte coeso, fragipã e duripã em solos do tabuleiro costeiro do sul da Bahia.** R. Bras. Ci. Solo, v. 30, p.1021-1030, 2006.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL JUNIOR, M. **As matérias-Primas Cerâmicas**. Parte I: O perfil das Principais Industrias Cerâmicas e Seus Produtos. *Cerâmica Industrial*, v. 6, n. 2, p. 28–39, 2001.

MOURA, M.J.; FIGUEIREDO, M.M. **Aplicação das técnicas de picnometria de gás e de porosimetria de mercúrio à caracterização da madeira de *E. globulus***. *Silva Lusitana*, v.10, n.2, p. 207-216, 2002.

MUJUMDAR, A.S. **Principles, classification, and selection of dryers**. Arun S. Mujumdar (Ed.), *Handbook of industrial drying*, 3rd ed., CRC Press, Boca Raton, 32 p., 2006.

MUÑOZ, V.P., MORALES, O.M.P., LETELIER, G.V., MENDÍVIL, G.M.A. **Fired clay bricks made by adding wastes: Assessment of the impact on physical, mechanical and thermal properties**. *Construction and Building Materials*, 125, p. 241–252, 2016.

MURAD, E., WAGNER, U. **The thermal behavior on an Fe-rich illite**. *Clay Minerals*, 31, p.45-52, 1996.

MYMRIN, V., ALEKSEEV, K., CATAI, R.E., NAGALLI, A., AIBULDINOV, Y.K., BEKTURGANOV, N.S., ROSE, J.L., IZZO, R.L.S, **Red ceramics from composites of hazardous sludge with foundry sand, glass waste and acid neutralization salts**. *Journal of Environmental Chemical Engineering* v. 4, n. 1, p. 753–761 , 2016.

MYMRIN, V., KLITZKE, W., ALEKSEEV, K., CATAI, R.E., NAGALLI, A. IZZO, R.L.S., ROMANO, C.A. **Red clay application in the utilization of paper production sludge and scrap glass to fabricate ceramic materials**. *Applied Clay Science* v. 107, p. 28–35 , 2015.

NAGATA, N., BUENO, M.I.M.S., PERALTA-ZAMORA, P.G. **Métodos matemáticos para correção de interferências espectrais e efeitos interelementos na análise quantitativa por fluorescência de raios-x**. *Quim. Nova*, vol.24, n°4, p.531-539, 2001.

NANDI, V.S., ZACCARON, A., FERNANDES, P., DAGOSTIN, J.P., BERNARDIN, A.M., **Adição de vidro reciclado de lâmpadas na**

fabricação de cerâmica vermelha, *Cerâmica Industrial*, 19 (5), p. 29-32, 2014.

NOCITI, D.M. **Aproveitamento de rejeitos oriundos da extração de minério de ferro na fabricação de cerâmicas vermelhas**. Dissertação, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá. Universidade Estadual Paulista – UNESP, Guaratinguetá-SP, 110p. 2011.

NORTON, F.H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. Tradução Jefferson Vieira de Souza, São Paulo, Editora Edgard Blücher Ltda (Editora da Universidade de São Paulo), 324p., 1973.

NOVACER, Revista. **A indústria cerâmica nos 100 anos de colonização de Morro da Fumaça**. Edição 03, p. 30-39, Maio 2010.

NYAKAIRU, G.W.A., KURZWEIL, H., KOEBERL, C. **Mineralogical, geochemical, and sedimentological characteristics of clay deposits from central Uganda and their applications**, *J. Afr. Earth. Sci.* v. 35, p. 123–134, 2002.

OLIVEIRA, A.A. **Tecnologia em Cerâmica**. Criciúma - SC. Editora Lara, 176 p., 2011.

OLIVEIRA, J.C.S., LIRA, B.B., YADAVA, Y.P., MUNIZ E SILVA, C.M., SANTOS, T.W.G. **Importância do Carbonato de Cálcio na Fabricação de Tijolos**. *Cerâmica Industrial*, 16 (5-6) p. 34-38, 2011.

PACHECO TORGAL, F., JALALI, S. **Eco-efficient Construction and Building Materials**. London: Springer London, 1689-1699 p. 53 v. 2011.

PAGNAN. S., BENEDET, W., FRIZZO, R., DE NONI JR., A. **Fornecimento Sustentável de Argilas para APL de Cerâmica Vermelha**. Prêmio Melhores Práticas: Rede APL Mineral, Brasília, DF, 2013.

PAIVA, L.B., MORALES, A.R. & DÍAZ, F.R.V. **Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização**. *Cerâmica*, 54, p. 213-226, 2008.

PEREZ-MONSERRAT, E.M., AGUA, F., FORT, R., DE BUERGO, M.A., CONDE, J.F., GARCÍA-HERAS, M. **Effect of manufacturing methods on the decay of ceramic materials: A case study of bricks in modern architecture of Madrid (Spain)**. Applied Clay Science, *article in press*, 2016.

PRACIDELLI, S. & MELCHIADES, F.G. **Importância da composição tamanhos de partículas de massas para a cerâmica vermelha**. Cerâmica Industrial, vol. 02 (01/02), p.31-35, 1997.

QUEIROZ, L.F.T., MONTEIRO, S.N., VIEIRA, C.M.F. **Efeito da utilização de areia no processamento e nas propriedades de cerâmica vermelha**. Cerâmica, 56, p. 279-284, 2010.

QUIJANO B., L. DÍEZ-SILVA, H.M., MONTES-GUERRA, M.I., SILVA, H.F.C. **Implementación de procesos sostenibles vinculando industrias regionales: Reciclaje de residuos siderúrgicos como proyecto de cambio de la manpostería en processes in regional industries: Rev. esc.adm.neg., n. 77, p. 82–103, 2014.**

RAJARATHNAM, U., ATHALYE, V., RAGAVAN, S., MAITHEL, S., LALCHANDANI, D., KUMAR, S., BAUM, E., WEYANT, C., BOND, T. **Assessment of air pollutant emissions from brick kilns**, Atmospheric Environment, 98, 549-553, 2014.

RAJGOR, M.B., HAKWANA, A.H., PITRODA, J. **Automation in clay and thermal industry waste products**. International Journal of Engineering Trends and Technology (IJETT), v.4 (7), p.2870-2877, 2013.

RAWET, J.; SANTOS, P.S. **Study on the variation of the plasticity limit of three clays from São Paulo state under the effect of various additives**. Cerâmica (São Paulo), v. 26, n. 128, p. 198, 1980.

REINERT, D. J., REICHERT, R. M. **Propriedades físicas do solo**. Universidade Federal de Santa Maria - UFSM, Santa Maria, RS, 18 p., 2006.

RIBEIRO, M.J., FERREIRA, A.A.L., LABRINCHA, J.A. **Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas**. Cerâmica Industrial, 8 (1), p. 37-42, 2003.

RIELLA, H.G. **Cerâmica - dos minerais à porcelana**. 1ª ed. Editora Tecart, São Paulo, 157p., 2010.

SANTOS, K.P., LUCENA, A.E.F.L., LUCENA, L.C.F.L., SILVA, J.A.A., COSTA, S.C.F.E. **Estudo da incorporação de argilas montmorilonitas em cimentos asfálticos de petróleo**. Revista Matéria (Rio de Janeiro), v. 20, n. 2, p.501-513, 2015.

SANTOS, P.S. **Ciências e tecnologia de argilas**. Volume 1, 2ª Edição, editora: Edgard Blücher Ltda, 408 p., 1989.

SANTOS, P.S. **Tipos de Argilas**, Cerâmica, 5 (20), 11, 1959.

SATHIPARAN, N., RUMESHKUMAR, U. **Effect of moisture conditio non mechanical behavior of low strength brick masonry**. Journal of Building Engineering. v. 17, p.23-31, 2018.

SCHIMIDT, F., BUENO, M.I.M.S., POPPI, R.J. **Aplicação de alguns modelos quimiométricos à espectroscopia de fluorescência de raios-X de energia dispersa**. Quim. Nova, vol.25, nº6, p.949-956, 2002.

SCHMIDT, C.W. **Modernizing Artisanal Brick Kilns: A Global Need**. Environ Health Perspect. 121(8): p. 242–249, 2013.

SCHWOB, M.R.V., OLIVEIRA, A.A., RODRIGUES, J.A.P., HENRIQUES JÚNIOR, M.F. **Manual de sistemas de secagem na indústria de cerâmica vermelha**. Rio de Janeiro, INT/MCTIC, 42p., 2016.

SEBRAE [Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas], **Cerâmica Vermelha: Estudos de mercado** SEBRAE/ESPM, 93 p., 2008.

SEBRAE [Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas], **Cerâmica Vermelha: Panorama do mercado no Brasil**. Boletim Inteligente, 5 p., 2015.

SECTEME [Secretaria de Estado da Ciência e Tecnologia das Minas e Energia]. **Diagnóstico do setor de cerâmica vermelha em Santa Catarina**. Florianópolis: SECTEME, 77p. 1990.

SENA DA FONSECA, B., VILÃO, A., GALHANO, C., SIMÃO, J. R. **Reusing coffee waste in manufacture of ceramics for construction.** Advances in Applied Ceramics v. 113, n. 3, p. 159–166 , 2014.

SHAKIR, A.A. & MOHAMMED, A.A. **Manufacturing of Bricks in the Past, in the Present and in the Future: A state of the Art Review.** International Journal of Advances in Applied Sciences (IJAAS) Vol. 2, No. 3, pp. 145-156, 2013.

SHAIKH, S., NAFEES, A.A., KHETPAL, V., JAMALI, A.A., ARAIN, A.M., YOUSUF, A. **Respiratory symptoms and illnesses among brick kiln workers: a cross sectional study from rural districts of Pakistan,** BMC Public Health, 12:999, 2012.

SHIRAZI, M.A. & BOERSMA, L. **A Unifying Quantitative Analysis of Soil Texture.** Soil Science Society of America Journal, vol. 48 n. 1, p. 142-147, 1983.

SILVA, M.A.S; LEITES, S.R. **Programa levantamentos geológicos básicos do brasil:** Criciúma: folha SH.22-X-B. Brasília, DF, 2000.

SOUZA, D.M., LAFONTAINE, M., CHARRON-DOUCET, F., BENGUA, X., CHAPPERT, B., DUARTE, F., LIMA, L. **Comparative Life Cycle Assessment of ceramic versus concrete roof tiles in the Brazilian context,** Journal of Cleaner Production, v. 89, p. 165–173, 2015.

SPOSTO, R.M., MEDEIROS, E., RAMOS, D.T., NAYA, L., MORAIS, D.M. **Análise da conformidade de bloco cerâmico sinterizados em fornos intermitentes e contínuos no Distrito Feredal.** Cerâmica Industrial, 12 (5), p.40-43, 2007.

STOLBOUSHKIN, A.Y., IVANOV, A.I., FOMINA, O.A. **Use of coal-mining and processing wastes in production of bricks and fuel for their burning.** Procedia Engineering, v. 150, p. 1496-1502 (International Conference on Industrial Engineering, ICIE, 2016.

TAHA, Y., BENZAAZOUA, M., HAKKOU, R., MANSORI, M. **Natural clay substitution by calamine processing wastes to manufacture fired bricks.** Journal of Cleaner Production, v. 135, p. 847–858, 2016.

TAVARES, S.F. e GRIMME, F.W. **Análise de Processos Produtivos em Cerâmica Vermelha – Estudo de Caso Comparativo entre Brasil e Alemanha.** IX Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído. Foz do Iguaçu - PR, p. 723-732, 2002.

TEIXEIRA, S.R., SANTOS, G.T.A., SOUZA, A.E., ALESSIO, P., SOUZA, S.A., SOUZA, N.R. **The effect of incorporation of a Brazilian water treatment plant sludge on the properties of ceramic materials.** Applied Clay Science v. 53, n. 4, p. 561–565 , 2011.

TOEL, R. **Theoretical fundamentals of drying operation,** Dry Technol, v.14 (1), pp. 101–182, 1996.

TORETTI, I., NUNES, E.B., BENINCÁ, A., REZIN, K.Z., CARGNIN, M., **Estudo da determinação da plasticidade de matérias-primas cerâmicas utilizando o método de *Pfefferkorn*,** 226-233, Rev. Técnico Científica (IFSC), v. 3, n. 1, 2012.

TRABACCHIN, N. **Laterizi, processo produttivo ed essiccazione.** Pádua, Vêneto, Italia: Università degli Studi di Padova - UNIPD, 2012.

TSAL, W.T., LAI, C.W., HSIEN, K.J. **Effect of particle size of activated clay on the adsorption of paraquat from aqueous solution.** Journal of Colloid and Interface Science, 263, p. 29–34, 2003.

TSOZUÉ, D., NZEUGANG, A.N., MACHE, J.R., LOWEH, S., FAGEL, N. **Mineralogical, physico-chemical and technological characterization of clays from Maroua (Far-North, Cameroon) for use in ceramic bricks production,** Journal of Building Engineering, v. 11, p. 17-24, 2017.

TUKEY, J.W. **The problem of multiple comparisons.** Mimeographs Princeton University, Princeton, N.J., 1953

TUREKIAN, K.K. **Oceans: Foundations of Earth Science.** 2nd edition, Prentice-Hall, 149 p., 1976.

TUBINO, L.C.B. & BORBA, P. **Etapas do processo cerâmico e sua influência no produto final – massa, extrusão, secagem e queima.** Dossiê Técnico, Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas – SBRT, 18 p., 2006.

TYLER, S.W. & WHEATCRAFT, S.W. **Fractal Scaling of Soil Particle-Size Distributions: Analysis and Limitations**. vol. 56, no. 2, p. 362-369, 1992.

UKWATTA, A., MOHAJERANI, A., SETUNGE, S., ESHTIAGHI, N. **Possible use of biosolids in fired-clay bricks**, Construction and Building Materials, 91, p. 86–93, 2015.

USGS [*United States Geological Survey*] **2009 Minerals Yearbook: Clay and Shale** [Advance Release]. 23 p., 2009.

VARELA, M.L., NASCIMENTO, R.M., MARTINELI, A.E., HOTZA, D., MELO, D.M.A., MELO, M.A.F. **Otimização de uma metodologia para análise mineralógica racional de argilominerais**. Cerâmica, v. 51, p. 387-391, 2005.

VIANI, A., SOTIRIADIS, K., LEN, A., ŠAŠEK, P., ŠEVČÍK, R. **Assessment of firing conditions in old fired-clay bricks: The contribution of X-ray powder diffraction with the Rietveld method and small angle neutron scattering**. Materials Characterization, 116, pp. 33–43, 2016.

VIEIRA, C.M.F., FEITOSA, H.S., MONTEIRO, S.N. **Avaliação da secagem de cerâmica vermelha através de curva de Bigot**. Cerâmica Industrial, 8 (1), p.42-46, 2003.

VIEIRA, C.M.F., MONTEIRO, S.N., DUAILIBI FH, J. **Considerações sobre o Uso da Granulometria como Parâmetro de Controle de uma Argila Sedimentar**. Cerâmica Industrial, 10 (1), p.23-26, 2005.

VIEIRA, C.M.F. & PINHEIRO. R.M. **Avaliação de argilas caulínicas de Campos dos Goytacazes utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha**. Cerâmica, v. 57, p. 319-323, 2011.

VIEIRA, C.M.F., SOUZA, E.T.A., MONTEIRO, S.N. **Efeito da incorporação de chamote no processamento e microestrutura de cerâmica vermelha**. Cerâmica, v.50, nº.315, p. 254-260, 2004.

VILLAR, C.E.F., NOGUEIRA, R.E.F.Q., CARVALHO, L.A.M., ABREU, H.F.G. **Influence of pores on the failure of structural**

ceramic blocks. *Constrution and Building Materials*, 22, p.2376-2381, 2008.

WB [*World Bank*] **Introducing Energy-Efficient Clean Technologies in the Brick Sector of Bangladesh.** Washington, DC:The World Bank Group, 2011, disponível na internet em: <http://hdl.handle.net/10986/2797>, acesso em 25 de novembro de 2016.

WEYANT, C., ATHALYE, V., RAGAVAN, S., RAJARATHNAM, U., LALCHANDANI, D., MAITHEL, S., BAUM, E., BOND, T.C. **Emissions from South Asian Brick Production**, *Environmental Science & Technology*, v.48 (11), p 6477–6483, 2014.

WHITE, I.C. **Relatório final da Comissão de Estudos das Minas de Carvão de Pedra do Brasil** . Rio de Janeiro : DNPM. Parte I, p.1-300 ; Parte II, p. 301-617. 1908 (ed. Fac-similar)

WIECK, R., DUAILIBI FH, J. **Extrusão em Cerâmica Vermelha: Princípios Básicos, Problemas e Soluções.** *Cerâmica Industrial*, 18 (3) p.16-23, 2013.

WINKLER, H.G.F. **Bedeutung der Korngrößen-verteilung und des Mineral-bestandes von Tonen für die Herstellung grobkeramischer Erzeugnisse**, *Ber. DKG*, 31, pp. 337-343, 1954.

WORRAL, W.E. **Clays and ceramic raw material.** *Applied Science Publishers LTD.* London, UK, 203 p., 1975.

YANG,Y, LAARZ, E., KAUSHIK, S., MUELLER, E., SIGMUND, W. **Forming and Drying.** *In: SŌMIYA, S., ALDINGER, F., CLAUSSEN, N., SPRIGS, R.M., UCHINO, K., KOUMOTO, K., KANENO, M.* (Org.) *Handbook of Advanced Ceramics. Vol I: Materials Science.* P. 131-185, 2003.

YASUI, I. *Ceramics, History of.* **Encyclopedia of Condensed Matter Physics.** [S.l.]: Elsevier, 2005. p. 173–177.

YATAGANBABA, A., KURTBAŞ, İ. **A scientific approach with bibliometric analysis related to brick and tile drying: A review.** *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 59, p. 206–224, 2016.

ZACCARON, A. **Incorporação de chamote na massa de cerâmica vermelha como valorização de resíduo**. Criciúma, SC, Brasil. Engenharia Ambiental, 112 p. 2013.

ZACCARON, A., GALATTO, S.L., NANDI, V.S., FERNANDES, P. **Incorporação de chamote na massa de cerâmica vermelha como valorização de resíduo**. Cerâmica Industrial, 19 (3), p. 33-39, 2014.

ZANDONADI, A.R. & IOSHIMOTO, E. **Cerâmica Vermelha. Curso Internacional de Treinamento em Grupo em Tecnologia Cerâmica**. São Paulo: IPT/JICA, 20p., 1991.

ZANELATTO, J.H. **As condições de vida dos trabalhadores de olarias de Morro da Fumaça**. Criciúma, SC: FUCRI, 34 p., 1993.

ZANIN, T. L.; KLITZKE, W.; LUZ JR., L. F. L. **Estudo da influência da adição de cinzas de carvão mineral nas propriedades da cerâmica vermelha**. Cerâmica, v. 59, n. 350, p. 231–234 , 2013.

ZHANG, L. **Production of bricks from waste materials – A review**, Construction and Building Materials, 47, p. 643–655, 2013.

ZOUAOUI, H.; BOUAZIZ, J. **Performance enhancement of the ceramic products by adding the send, chamotte and wast brick to porous clay from bir Mcherga (Tunisia)**. Apllied Clay Science, v. 143, p. 430 – 436, 2017.

APÊNDICE(S)

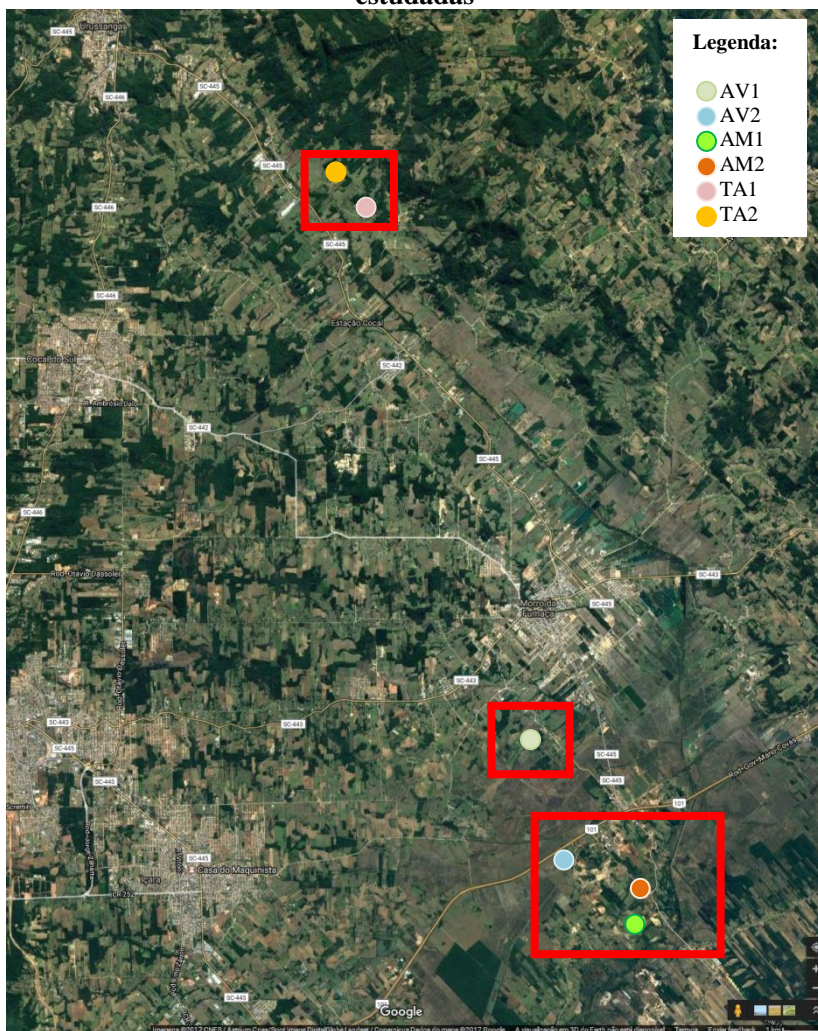
APÊNDICE A - Principais setores cerâmicos, matérias-primas utilizadas e características do processo de fabricação.

Classificação			Produtos	Matéria-prima									Moagem via úmida	Moagem via seca	Processo de conformação		Temperatura de queima (°C)								
Tipo de cerâmica	Grupo/ Setor			Plástica		Não-plástica									Extrusão	Tornearia	Prensagem	Colagem	800	900	1.000	1.100	1.200	> 1.200	
				Argila comum	Argila plástica	Caulim	Feldspato	Filito	Talco	Calcário	Quartzo	Outros													
Cerâmicas silicáticas de base argilosa (ou tradicional)	1	Cerâmica vermelha	Blocos, lajes	P										P											
			Telhas	P				O							P		P								
			Agregado leve	P									O			P									
	2	Cerâmica branca	Grés sanitário		P	S	P	P	O			S	O	P											
			Porcelana mesa		P	P	P					P		P		S	S		O						
			Porcelana eletr.		P	P	P					P		P		S	S		O						
	3	Cerâmica de revestimento	Faiança		P	O	S	S	S	P	S		P					P							
			Pisos rústicos	P	O								O			P									
			Pisos via seca	P											P				P						
			Azulejos		P	P			O	S	S		P						P						
			Piso gresificado	O	P	S	S	P	O		S		P		O		P								
			Grés porcelanato		P	S	P		O		S	O	P			P									
Outras	4	Refratários				O					O	P													
	5	Isolantes					O				O	P													
	6	Especiais									O	P													
	7	Cimento	S							P	S	O		P											
	8	Vidro					S			S	P	P													
P	Processo ou composição principal (>20%)			S	Processo ou composição secundária (<10%)									O	Processo ou composição ocasional										

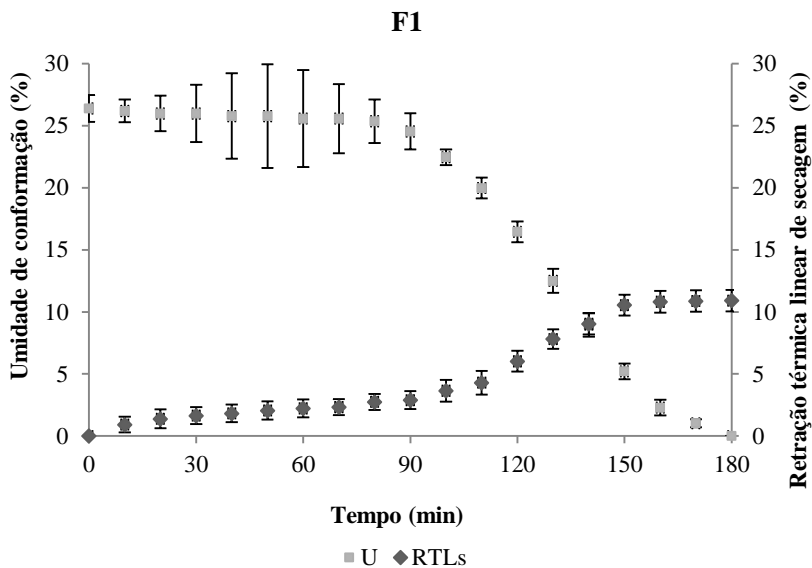
Obs.: O feldspato (ou concentrado de feldspato) é utilizado apenas nas porcelanas e, eventualmente, no grés porcelânico, enquanto que nos demais produtos são utilizadas rochas feldspáticas.

Fonte: Motta, Zanardo e Cabral Junior (2001)

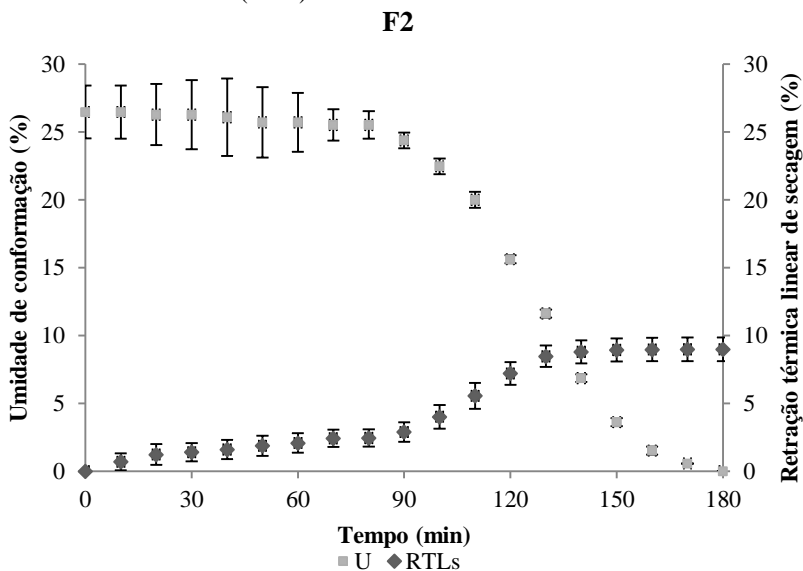
APÊNDICE B - Mapa com a localização de mineração das argilas estudadas



APÊNDICE C - Curva de secagem das formulações desenvolvidas

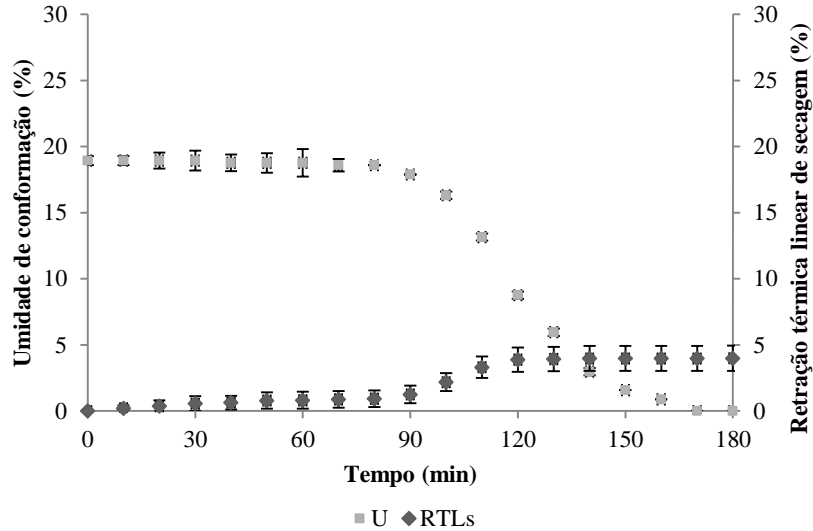


Fonte: Autor (2018)



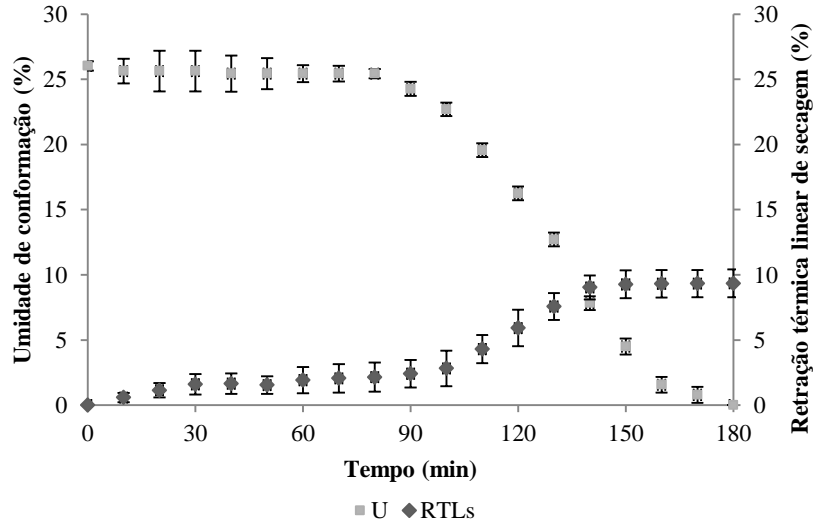
Fonte: Autor (2018)

F3

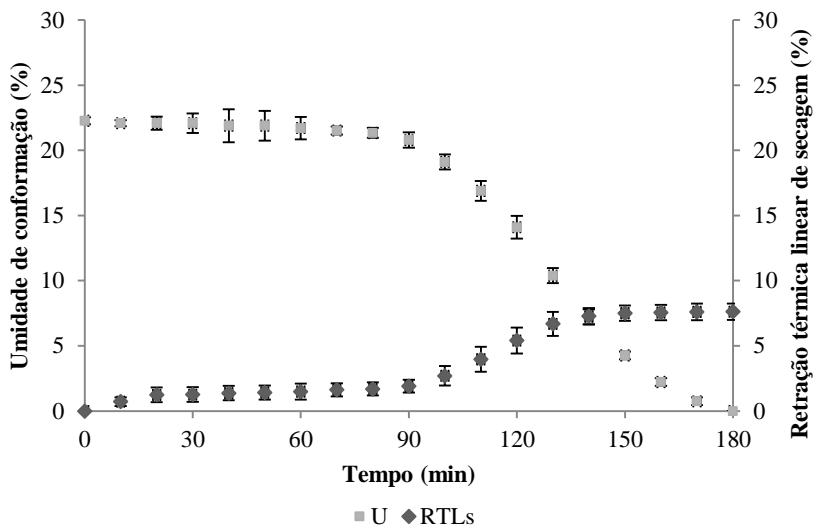
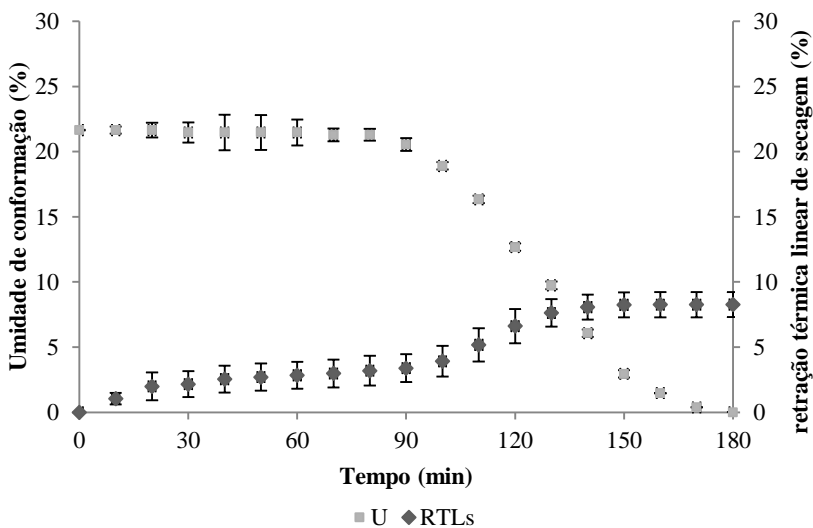


Fonte: Autor (2018)

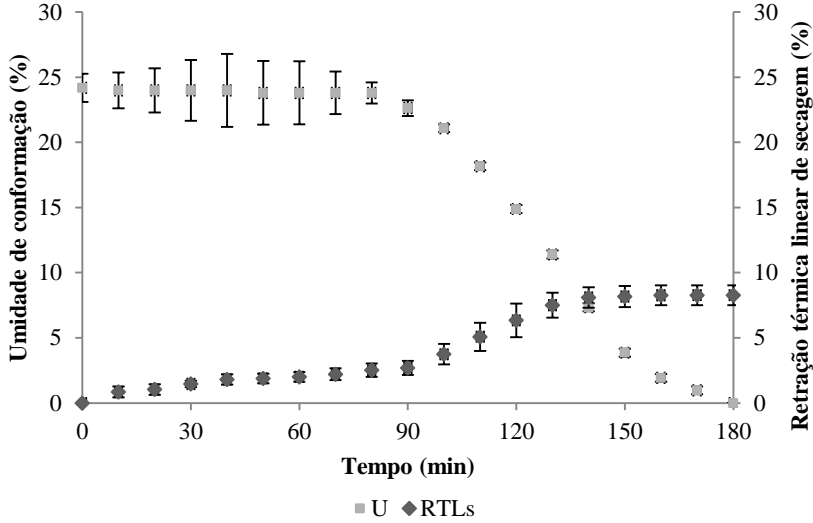
F4



Fonte: Autor (2018)

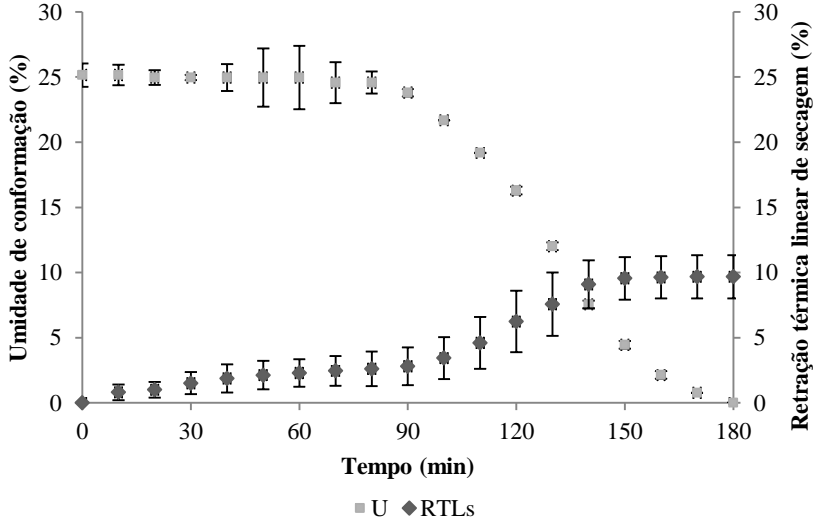
F5**F6**

F7

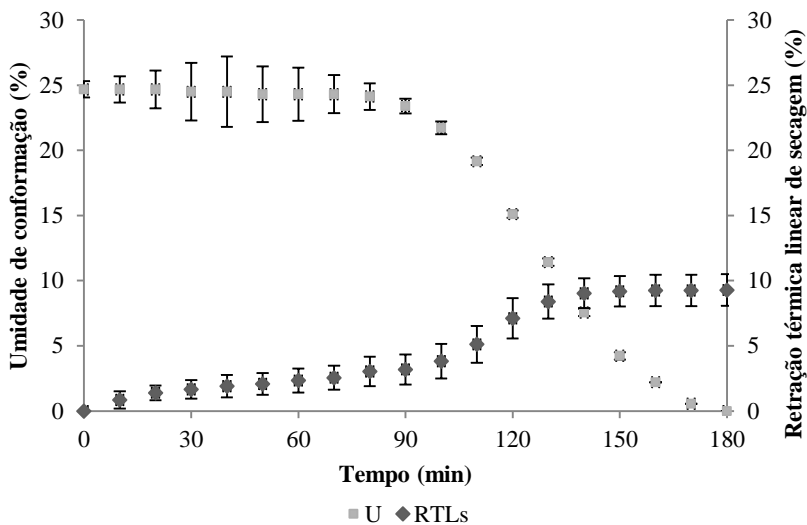


Fonte: Autor (2018)

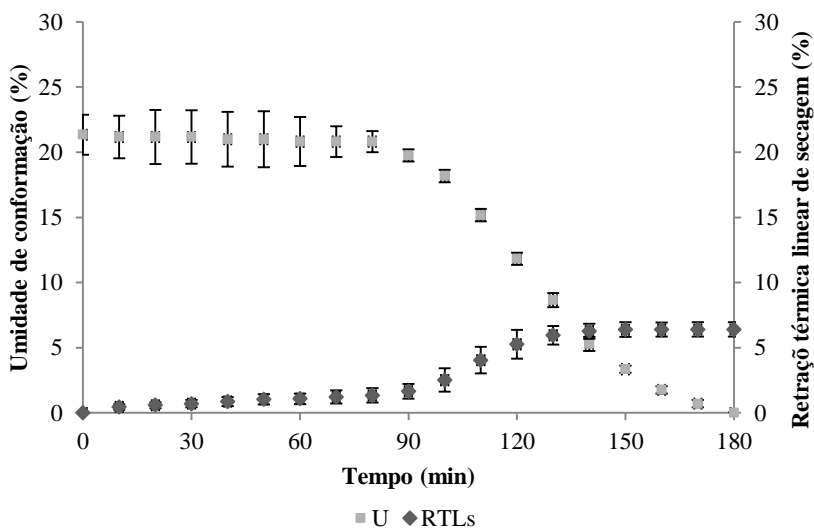
F8



Fonte: Autor (2018)

F9

Fonte: Autor (2018)

F10

Fonte: Autor (2018)

APÊNDICE D - Análise de variância para os testes realizados.

Teste	Modelo	Efeito			Erro			F	p	R ²	R ² ajustado
		SQ	v	MQ	SQ	v	MQ				
Perda de processo	Linear	14130,02	2	7065,008	2172,848	7	310,4069	22,76048	0,000864	0,866720	0,828640
	Quadrático	1867,82	3	622,605	305,032	4	76,2580	8,16446	0,035174	0,981290	0,957902
	Cubico especial	227,07	1	227,067	77,966	3	25,9885	8,73718	0,059742	0,995218	0,985653
	Cubico	73,42	2	36,709	4,548	1	4,5481	8,07123	0,241526	0,999721	0,997489
	Total ajustado	16302,86	9	1811,429							
Resíduo bruto	Linear	315,7853	2	157,8926	344,3510	7	49,19300	3,209657	0,102515	0,478364	0,329325
	Quadrático	179,4132	3	59,8044	164,9378	4	41,23444	1,450351	0,353718	0,750146	0,437828
	Cubico especial	49,0742	1	49,0742	115,8636	3	38,62121	1,270653	0,341662	0,824485	0,473456
	Cubico	97,6832	2	48,8416	18,1804	1	18,18044	2,686491	0,396122	0,972460	0,752136
	Total ajustado	660,1363	9	73,3485							
Perda de umidade	Linear	218,6824	2	109,3412	131,9214	57	2,314410	47,24367	0,000000	0,623731	0,610528
	Quadrático	11,4917	3	3,8306	120,4297	54	2,230179	1,71761	0,174271	0,656508	0,624703
	Cubico especial	0,0073	1	0,0073	120,4224	53	2,272121	0,00320	0,955119	0,656529	0,617645
	Cubico	0,1010	2	0,0505	120,3214	51	2,359243	0,02140	0,978832	0,656817	0,602984
	Total ajustado	350,6038	59	5,9424							
Retração de secagem	Linear	7,077614	2	3,538807	0,580948	7	0,082993	42,64007	0,000120	0,924144	0,902471
	Quadrático	0,462465	3	0,154155	0,118483	4	0,029621	5,20428	0,072467	0,984529	0,965191
	Cubico especial	0,026841	1	0,026841	0,091642	3	0,030547	0,87867	0,417716	0,988034	0,964102
	Cubico	0,037990	2	0,018995	0,053652	1	0,053652	0,35404	0,765151	0,992994	0,936950
	Total ajustado	7,658562	9	0,850951							

SQ: Soma dos quadrados; v: Variância (Graus de Liberdade); MQ: Médias quadráticas; F: F-valor; p: p-valor; R²: ajuste.

Fonte: Autor (2018)

